



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

Université de Lorraine

Ecole Doctorale Sciences et Ingénierie des Ressources Procédés Produits et Environnement

Département de Formation Doctorale Sciences du Bois

Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur le MATériaux Bois

THESE

Pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université de Lorraine

Spécialité : Sciences du Bois

Présentée par

Julia BESSIERES

Ingénieur de l'Ecole Nationale Supérieure des Technologies et Industries du Bois

Les finitions poudres appliquées sur le bois et matériaux dérivés : optimisation du procédé industriel, étude des relations finition/substrat et fonctionnalisation

Soutenue le 02 juillet 2012 devant le jury :

Rapporteurs

Mme. Laurence PODGORSKI (Dr, HDR FCBA, Bordeaux)

M. Bertrand CHARRIER (Pr, IPREM, UPPA, Pau)

Examineurs

M. Didier RONZE (Pr, LGPC, UCBL), Lyon)

M. André MERLIN (Pr, LERMAB, UL, Nancy)

Mme. Béatrice GEORGE (MC, LERMAB, UL, Nancy)

M. Stéphane MOLINA (MC, LERMAB, UL, Nancy)

Invité

M. Eric MASSON (Dr, CrittBois, Epinal)

RESUME

Les finitions poudres, utilisées avec succès dans l'industrie du métal, représentent aujourd'hui une alternative aux systèmes utilisés actuellement pour les substrats en bois. Cette technologie permet tout d'abord de répondre aux besoins des industriels de l'ameublement et de la menuiserie car elle est en parfait accord avec la Directive Européenne 1999/13/CEE sur la réduction des émissions des COV. De plus, l'arrivée sur le marché de formulations thermosensibles à basse température et à polymérisation sous UV a permis d'appliquer cette technologie à des substrats thermosensibles tels que le bois et ses matériaux dérivés.

Actuellement, la finition poudre donne de très bons résultats en termes de qualité sur les panneaux de fibres de type MDF. D'autres résultats prometteurs ont aussi été obtenus sur du contreplaqué ou du bois massif de hêtre. Etudier de près l'ensemble des facteurs influençant le procédé, en particulier la nature du support bois et sa préparation, les paramètres de poudrage et de cuisson, est indispensable pour l'optimisation de ce procédé à l'échelle industrielle.

Par ailleurs, les interactions substrat-finition poudre, outre les caractéristiques chimiques des résines, semblent définir la qualité finale du système et sa durabilité vis-à-vis du vieillissement. Un axe supplémentaire de l'étude est de vérifier l'éventuelle fonctionnalisation des finitions poudres pour leur donner des rôles particuliers, comme par exemple l'apport d'une propriété antibactérienne ou l'adsorption de COV environnants.

Mots clés : finition poudre, bois, réduction des COV, optimisation de procédé, interactions substrat-finition, fonctionnalisation

SUMMARY

Powder coatings, successfully used in the metal industry, represent today an alternative to the systems currently used for wooden substrates. This technology allows first to respond to the needs of manufacturers of furniture and carpentry as it is in perfect agreement with the European Directive 1999/13/EEC on the reduction of VOC emissions. In addition, the arrival on the market of thermosetting formulations at low temperature or UV polymerization allows to apply this technology to heat-sensitive substrates such as wood and derivatives.

Currently, powder coating gives very good results in terms of quality on the studied fiberboard (MDF). Other promising results have also been obtained on plywood or solid beech. Studying the factors influencing the process, in particular the nature of the substrate and its preparation, powdering and baking settings, is essential to optimize this process on an industrial scale.

Furthermore, interactions substrate-powder coating, in addition to the chemical characteristics of resins, seem to define the final quality of the system and its durability against aging. An additional axis of the study is to verify the possible functionalization of powder coatings to provide particular roles, such as for example the provision of an antibacterial property or the adsorption of surrounding VOC.

Key words : powder coating, wood, reduction of VOC, process optimization, substrate-coating interactions, functionalization

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé dans le cadre du programme PRECODD financé par l'Agence Nationale de la Recherche. Ce projet n'aurait pu être effectué sans l'appui technique et financier de l'ANR, l'ADEME et le Pôle Fibres, que je remercie.

Je remercie Eric Masson, coordinateur du projet Poudrabois, ainsi que tous les partenaires, le *CRITTBois*, le *LPIM (ex DPG)*, *AkzoNobel*, *Ecofia*, *Ober* et *Frachon*, sans oublier Vanessa Maurin qui a effectué sa thèse en parallèle à mes travaux.

Je souhaite remercier vivement Laurence Podgorski et Bertrand Charlier d'avoir accepté de faire partie du jury et d'être rapporteurs de ce manuscrit. Je remercie également sincèrement Xavier Allonas d'être le président de ce jury.

Je tiens à exprimer ma gratitude aux personnes qui m'ont aidée au cours de ce projet et en particulier à Eric Masson qui m'a accueillie et encadrée tout au long de ces trois années au *CrittBois*. Ma reconnaissance va également à André Merlin et Béatrice George qui ont dirigé mon travail au *LERMAB*. Chacun de vous a été présent à des moments différents mais clefs de ma thèse pour fournir conseils, écoute et soutien tout en me laissant suffisamment d'autonomie pour gérer ces recherches.

Par ailleurs j'associe à mes remerciements toute l'équipe du *LERMAB*, chercheurs, étudiants et personnels pour leur disponibilité et leur gentillesse au cours de mes travaux en laboratoire. Je pense notamment à Stéphane Molina, Caroline Rogaume, Mohamed Ragoubi ainsi que les étudiants et stagiaires, Maxime, Aurélien, Johanne, François et Julien pour leur aide précieuse dans diverses manipulations.

J'exprime toute ma gratitude également à Nicolas Mailly, directeur de l'entreprise *Ecofia* pour m'avoir accueilli dans ses locaux et pour avoir fait en sorte que mes travaux s'insèrent dans sa production. Je tiens à lui exprimer ma reconnaissance pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail ainsi que pour son aide.

Ce travail à l'interface de plusieurs disciplines m'a amené à rencontrer des gens de tous horizons et spécialités, chaque rencontre a été extrêmement enrichissante. Un grand merci

REMERCIEMENTS

notamment à Aurélie Godan, Carole Verdier et Denis Fauché de la société *AkzoNobel* pour leur collaboration et leurs conseils concernant la formulation des poudres. Dominique Firinga et Gilles Vedel de l'entreprise *Ober* comptent également parmi les personnes que je remercie pour leur sympathie et leur aide dans mes réflexions.

Les expériences réalisées au *LPIM* n'auraient jamais pu se faire sans l'implication et l'aide précieuse de Céline Crouxte-Barghorn ainsi que Xavier Allonas qui ont gentiment accepté de me prêter leur matériel. Je tiens également à remercier à nouveau ma collègue thésarde Vanessa Maurin pour ses conseils avisés sur le matériel d'analyse en photochimie donnés avec gentillesse et bonne humeur.

Je témoigne toute ma reconnaissance en particulier à Coralie Pelletier et Christophe Vaucourt du CRITTBois pour leur soutien technique durant ces années de travail. Que l'ensemble des membres du service technique de l'ENSTIB, Marie-Laure, Jean-Jacques, Cédric, Cyril, John, Stéphane, Eric, Tristan et Bruno veuillent bien trouver ici l'expression de ma profonde gratitude pour leurs interventions techniques et leurs conseils précieux sur le matériel utilisé. Un grand merci également à Julien Lallemand et Rémi Pannequin pour le temps qu'ils ont passé sur l'analyse de mes échantillons.

Je n'oublie pas mes amis et collègues Héloïsa et Xavier avec qui j'ai partagé le même bureau pendant ces quelques années. Ces moments passés à vos côtés auront été très agréables et intéressants.

PRINCIPALES NOTATIONS

ACV	Analyse du Cycle de Vie
ADPPO	oxyde allyldiphényl phosphine
AFNOR	Agence Française de NORmalisation
AIBN	2,2-azobis(2-isobutyronitrile)
AMM	Autorisation de Mise sur le Marché
APTMS	3-aminopropyltriméthoxysilane
Aref_t	aire de la bande de référence de l'échantillon t
Aref0	aire de la bande de référence de l'échantillon brut
A_t	aire de la bande caractéristique de l'échantillon t
A₀	aire de la bande caractéristique de l'échantillon brut
BaSO₄	sulfate de baryum
BP	2-hydroxy-benzophénone
BTEX	Benzène, Toluène, Ethylbenzène, Xylènes
BTZ	2-(2-hydroxyphényl)-benzotriazole
CaCO₃	carbonate de calcium
CdS	sulfures de cadmium
CdS, CdSe	rouges de cadmium
CIE	Commission Internationale de l'Eclairage
(CoO)_m(Al₂O₃)_n	bleu de cobalt
COV	composé organique volatil
CP	contreplaqué
CPK	Corey, Pauling et Koltun
Cr₂O₃, CrO(OH)	oxydes de chromes
DAPPO	oxyde 4,4-bis(allyloxyphényl) phényl phosphine
Ddl	degré de liberté
DGEBA	diglycidyl éther de bisphénol A
DMF	N,N-diméthylformamide
DMSO	diméthylsulfoxyde
DRX	Diffraction par Rayons X
DPPH	2-2 diphényl-1-picryl-hydrazyl
D₀₀₁	distance interfoliaire
d₅₀	taille moyenne des particules
EBC	Electron Beam Curing
EDX-EDAX	Détecteur de micro-analyse X pour analyse Elémentaire
EPI	Equipement de Protection Individuelle
FAS	fluoroalkyl silanes
FeNH₄Fe(CN)₆	ferrocyanure ferrique
FeO(OH)	oxydes de fer
FID	Détecteur à Ionisation de Flamme
FIPEC	Fédération des Industries des Peintures, Encres, Couleurs, Colles et adhésifs
Ftest	quotient des variances résiduelles de chaque série (i et j) 2 à 2

PRINCIPALES NOTATIONS

G	conductivité électrique
GC-MS	Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectroscopie de Masse
GPTMS	γ -glycidoxypropyltriméthoxysilane
G x...	grossissement
HALS	Hindered Amine Light Stabilizer
HDF	High Density Fiberbaord
h_f	taille finale d'une particule dans le bain de fluidisation
h_i	taille initiale d'une particule
HPLC	Chromatographie en phase Liquide de haute Performance
HPT	hydroxyphényl-triazine
HR	Humidité Relative de l'air
HSP	paramètre de Solubilité de Hansen
HZSM-5	zéolithe avec $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=30$
H₂S	dihydroxyde de soufre
INERIS	Institut National de l'Environnement Industriel et des RISques
INRS	Institut National pour la Recherche et la Sécurité
IP-TMS	3-isocyanatopropyltriméthoxysilane
IR	Infrarouge
ISBP	Institut des Sciences Biologiques et Pharmaceutiques
IS2M	Institut des Sciences des Matériaux de Mulhouse
LB, ULB	Low Bake, Ultra Low Bake : cuisson à (très) faible température)
LE	Limite d'Explosion
L1,2,3,4,5	différents niveaux de facteur
MAPTMS	méthacryloxypropyl triméthoxysilane
MDF	Medium Density Fiberboard
MDF M1	ancienne classe de traitement ignifuge
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
MF	Mélatamine-Formaldéhyde (résine)
NEC	National Emission Ceilings
NIR	Near InfraRed
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
OSB	Oriented Strand Board
Ox	oxalanilide
PACA	(poly(alkylcyanoacrylate)
PAM	polyacrylamide
Pb(Cr,Mo,S)O₄	orange de molybdènes
PbCrO₄	chromate de plomb
PCL	poly(ϵ -caprolactone)
PDMS	polydiméthylsiloxane
PECA	poly(éthylcyanoacrylate)
PEO	oxyde de polyéthylène
PI-PF	point initial-point final (test d'abrasion)
PLA	acide poly(lactique)
PLGA	acide poly(lactique-co-glycolique)
PMMA	poly(méthylméthacrylate)

PRINCIPALES NOTATIONS

PNSE	Plan National Santé- Environnement
POOP, POOH	peroxydes, hydroperoxydes
Ppm	partie par million
PRSE	Plan Régional Santé- Environnement
PS	polystyrène
PSF	Point de Saturation des Fibres
PTFE	polytétrafluoroéthylène
PU	polyuréthane (résine)
Pv	Pression de vapeur d'eau en équilibre avec une solution saline
PVM/MA	polyvinyle éther-co-maléique anhydride
Pvs	Pression de vapeur saturante
R	Constante des gaz parfaits
R²	coefficient de corrélation au carré d'une régression linéaire
Ra	rugosité moyenne
Rc	hauteur moyenne des éléments du profil, à l'intérieur d'une longueur de base
Re	résistivité électrique (électricité)
REACH	enRegistrement, Evaluation et Autorisation des substances Chimiques
RMN	Résonance Magnétique Nucléaire
Rp	hauteur maximale des pics du profil, à l'intérieur d'une longueur de base
Rsk	facteur d'asymétrie
RSm	largeur moyenne des éléments du profil, à l'intérieur d'une longueur de base
Rt	hauteur totale du profil sur la longueur d'évaluation
RT-FTIR	spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier résolue dans le temps
Rv	profondeur maximale des creux du profil, à l'intérieur d'une longueur de base
Rz	hauteur maximale du profil, à l'intérieur d'une longueur de base
Sa	moyenne arithmétique des écarts à la moyenne
SCEy	somme des écarts à la moyenne des valeurs expérimentale
SiO₂	silice
Sp	hauteur de la plus haute saillie de la surface
SPC	système à plaques catalytiques (appareil de cuisson IR du CrittBois)
Sr²	variance résiduelle
St	hauteur totale de la surface
Sv	profondeur de la plus profonde vallée de la surface
Sz	hauteur des 10 points de la surface (distance moyenne entre les 5 plus hauts points et les 5 plus bas points de la surface)
TEOS	tétraéthoxysilane
Tg	température de transition vitreuse
TGIC	triglycidylisocyanurates
TiHAP	hydroxyapatite dont les sites de Ca ²⁺ sont partiellement substitués par des ions Ti ²⁺
TiO₂	dioxyde de titane
Ti(OⁱPr)₄	isopropoxyde de titanium
TMS	tétraméthylsilane
TMSHU	triméthoxysilane avec des terminaisons d'uréthanes

PRINCIPALES NOTATIONS

Ttest	valeur de test
UF	urée-formaldéhyde (résine)
UV	Ultraviolet
VLE	valeur limite d'exposition
VME	valeur moyenne d'exposition
XPS	Spectroscopie de Photoélectrons X
X1,2,3,4,5	différents facteurs
Y1,2,3,4,5,6,7,8,9	différentes réponses
ZnS	sulfure de zinc
$\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$	oxyde de fer
α-HAP	α -hydroxyacétophénone
β-CD	β -cyclodextrine
Λ	longueur d'onde
λM	longueur d'onde focalisée au point
σ_g	écart-type géométrique de la distribution des particules
Θ	angle d'incidence du rayon X
ΔE	caractéristique du changement de couleur total dans le repère CIEL*a*b*
2B à 5H	valeurs de dureté croissante

SOMMAIRE GENERAL

<u>INTRODUCTION GENERALE</u>	1
<u>REVUE BIBLIOGRAPHIQUE</u>	3
I. INTRODUCTION	4
I.1. Le contexte sanitaire, environnemental et législatif.....	4
I.2. Les solutions de finition actuelles qui réduisent les émissions de COV.....	5
I.3. Cas des finitions poudres.....	7
II. LES FINITIONS POUDRES UTILISEES DANS L'INDUSTRIE	8
II.1. Historique des finitions poudres.....	8
II.2. Les formateurs de finitions poudres.....	9
II.3. Les produits de finitions utilisés et les améliorations apportées.....	10
III. LES ETAPES D'UNE LIGNE DE FINITION POUFRE	12
III.1. Le préchauffage Infrarouge.....	13
III.2. L'application de la poudre par voie électrostatique.....	14
<i>III.2.1. Le procédé par chargement sous effet corona (charge par ionisation)</i>	14
<i>III.2.2. Le procédé par effet triboélectrique</i>	15
III.3. La fusion et la polymérisation par rayonnement IR ou UV.....	16
<i>III.3.1. Fusion et polymérisation par convection de chaleur ou rayonnement IR</i>	16
<i>III.3.2. Polymérisation par rayonnement UV</i>	18
<i>III.3.3. Le refroidissement de la finition</i>	20
IV. ADAPTATION AU POUDRAGE DES MATERIAUX POREUX ET/OU THERMOSENSIBLES	20
IV.1. Les avantages techniques de la polymérisation UV.....	21
IV.2. Les avantages esthétiques et de résistance de la polymérisation UV.....	22
V. LES PROBLEMES TECHNIQUES ET DE QUALITE DES FINITIONS LIES A CE PROCEDE	23
V.1. Restrictions économiques.....	23
V.2. Restrictions dans les matériaux.....	23
V.3. Restrictions de qualité.....	24
V.4. Restrictions de la cuisson UV.....	25
V.5. Conclusions et améliorations à apporter.....	25
VI. L'ELARGISSEMENT DES FONCTIONNALITES INNOVANTES DES FINITIONS POUDRES	26
VI.1. Les attentes de la clientèle et les exigences.....	26
VI.2. Les avancées technologiques sur la fonctionnalisation des revêtements et des polymères.....	26
VII. LES METHODES DE CARACTERISATION DES PROPRIETES DES FINITIONS A TRAVERS DES ESSAIS NORMALISES	28
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	31

<u>CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCEDE</u>	37
I. INTRODUCTION	38
II. ANALYSE PRELIMINAIRE POUR LA COMPREHENSION DU PROCEDE	42
II.1. Recensement des paramètres à étudier.....	42
II.2. Raisonnement face à la complexité du problème.....	43
III. MATERIEL, METHODES ET METHODOLOGIES	44
III.1. Procédés et matériaux.....	44
III.1.1. Les lignes de finitions.....	44
III.1.2. Les différentes poudres mises en oeuvre pour l'étude du procédé.....	47
III.1.3. Les substrats mis en oeuvre pour les essais.....	49
III.2. Méthodologie d'optimisation du procédé.....	50
III.2.1. Les paramètres de l'étude du procédé.....	50
III.2.2. Les plans d'expériences et la méthode Taguchi.....	55
III.3. Techniques de caractérisation des finitions.....	60
III.3.1. Evaluation de la quantité de poudre fixée sur la pièce.....	60
III.3.2. Evaluation du taux de conversion par Spectroscopie FTIR.....	62
III.3.3. Evaluation de la rugosité de surface.....	63
IV. RESULTATS ET DISCUSSION	64
IV.1. Etude du poudrage.....	64
IV.1.1. Répartition des essais selon le poudrage.....	65
IV.1.2. Influence des paramètres de poudrage sur le grammage de poudre.....	65
IV.1.3. Vérification de la pertinence des résultats par maximisation du grammage de poudre.....	67
IV.1.4. Optimisation des facteurs de poudrage et adaptation à différents substrats.....	68
IV.1.5. Vérification des paramètres de poudrage optimaux sur d'autres poudres.....	72
IV.1.6. Influence de l'accrochage des pièces.....	75
IV.2. Influence du substrat.....	75
IV.2.1. Etude du poudrage de bois massifs (CrittBois).....	75
IV.2.2. Influence des polyphénols sur la qualité de cuisson de poudres UV (CrittBois).....	80
IV.2.3. Influence des facteurs liés au substrat sur la qualité de finition (Ecofia).....	81
IV.2.4. Préconisation des valeurs optimales des facteurs liés au substrat.....	88
IV.2.5. Optimisation finale des paramètres du substrat.....	93
IV.3. Etude de la cuisson.....	95
IV.3.1. Cuisson d'une poudre IR dans le domaine industriel.....	95
IV.3.2. Cuisson d'une poudre IR+UV dans le domaine industriel.....	103
IV.3.3. Application des paramètres de cuisson optimaux à d'autres poudres.....	110
V. CONCLUSION	113
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	119

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT121

I. INTRODUCTION	122
II. MATERIELS ET METHODES	122
II.1. La tomographie par Rayons X.....	122
II.2. Description des échantillons.....	124
II.2.1 Etude des finitions polymérisées.....	124

SOMMAIRE GENERAL

II.2.2 Etude des finitions poudres en cours de polymérisation.....	125
II.3 Analyse des images.....	126
II.3.1 Epaisseur de finition et profondeur de pénétration.....	126
II.3.2 Extraction de surface en 3D et rugosités de la finition.....	128
II.4. Essais de mouillabilité des substrats.....	129
III. ETUDE DES FINITIONS CUITES SUR DIFFERENTS SUBSTRATS.....	129
III.1 Les épaisseurs de feuil sec.....	129
III.2 Comparaison VG Studio max et Image J sur la pénétration de la finition.....	130
III.3 Pénétration des finitions dans les substrats.....	131
III.4 Discussion sur la pénétration des finitions liquides.....	132
III.4.1 Approche par l'étude de la mouillabilité des substrats.....	132
III.4.2 Influence de la composition chimique des bois.....	135
III.4.3 Approche par les propriétés physiques des substrats.....	135
III.5 Discussion sur la pénétration des finitions poudres.....	138
III.5.1 Influence de la viscosité des finitions.....	138
III.5.2 Influence de l'anatomie du substrat et de la granulométrie des poudres.....	138
IV. ETUDE DE LA FINITION POUFRE EN COURS DE CUISSON.....	139
IV.1 Résultats de l'imagerie RX.....	139
IV.1.1 Etude à temps de cuisson court.....	141
IV.1.2 Temps de cuisson croissant.....	141
IV.2 Epaisseur globale de finition et pénétration dans le bois.....	141
IV.3 Etude de la surface en profilométrie.....	142
IV.4 Conclusions sur la pénétration des finitions poudres.....	143
V. CONCLUSION.....	144
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	147

CHAPITRE 3 : VIEILLISSEMENT EXTERIEUR DE SYSTEMES

<u>FINITION POUFRE-SUBSTRAT.....</u>	149
I INTRODUCTION.....	150
II MATERIELS ET METHODES.....	155
II.1 Dispositifs de vieillissement artificiel.....	155
II.1.1 Exposition accélérée sur roue de dégradation de type Gardner.....	155
II.1.2 Vieillissement artificiel par exposition aux UV et à l'eau.....	156
II.2 Caractérisation d'échantillons vieillis.....	157
II.2.1 Les défauts de finition.....	157
II.2.2 Variations de couleur et de brillance.....	158
II.3 Poudres et méthodes d'application.....	158
II.3.1 Finitions poudres sur MDF.....	158
II.3.2 Finitions poudres sur multipli de bouleau.....	159
II.3.3 Finitions poudres sur bois massif.....	159
II.3.4 Vernis poudres sur MDF plaqué bois massif.....	159
III RESULTATS ET DISCUSSION.....	159
III.1 Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur MDF.....	159
III.2 Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur du multipli de bouleau..	160

SOMMAIRE GENERAL

III.2.1 Résultats pour la finition poudre opaque.....	160
III.2.2 Résultats pour la finition vernis transparente.....	161
III.3 Vieillessement artificiel sur roue Gardner et enceinte QUV de finitions poudres sur du bois massif	162
III.3.1 Résultats pour le vernis 640UV.....	162
III.3.2 Résultats pour les poudres opaques 700LB et 640UV.....	164
III.4 Vieillessement artificiel dans l'enceinte QUV de vernis poudres sur MDF plaqué bois massif	165
IV CONCLUSION.....	167
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	169

FONCTIONNALISATION DES FINITIONS POUDRES – INTRODUCTION AUX CHAPITRES 4 ET 5..... 171

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIETE ANTIBACTERIENNE AUX FINITIONS POUDRES..... 175

I INTRODUCTION.....	176
II MATERIELS ET METHODES.....	178
II.1 Diffraction par Rayons X (DRX).....	178
II.2 Fluorescence X.....	178
II.3 Microscopie Electronique à Balayage /Analyse de l'Energie Dispersive des rayons X.....	178
II.4 Microscopie électronique à transmission	179
II.5 Spectroscopie Infrarouge avec Transformée de Fourier en Temps Réel.....	179
II.6 Analyse thermomécanique dynamique.....	179
II.7 Tests biologiques.....	180
II.8 Préparation des argiles et mise en œuvre dans les films	180
II.8.1 Méthode de substitution de l'argile.....	181
II.8.2 Préparation du mélange polymère-argile.....	182
III RESULTATS ET DISCUSSION.....	183
III.1 Caractérisation des argiles initiales et substituées.....	183
III.2 Caractérisation des films photopolymérisés	186
III.2.1 Répartition des argiles.....	186
III.2.2 Cinétique de photopolymérisation des films suivie par RT-FTIR	187
III.2.3 Analyse des propriétés viscoélastiques des films	188
III.3 Efficacité biostatique et biocide des feuillets	189
IV CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	190
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	192

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES..... 195

I INTRODUCTION.....	196
II MATERIELS ET METHODES.....	199
II.1 Etude comparative de l'effet barrière des finitions.....	199

SOMMAIRE GENERAL

II.1.1	Systèmes substrat-finitions.....	199
II.1.2	Méthodes d'analyse de l'air intérieur.....	200
II.2	Traitement de surface des finitions par décharge couronne.....	203
II.2.1	Intérêt du traitement corona aujourd'hui.....	203
II.2.2	Principe du traitement corona.....	204
II.2.3	Système de traitement corona utilisé pour l'étude.....	204
II.2.4	Méthodes de vérification de l'efficacité du traitement corona.....	205
II.3	Procédures de fonctionnalisation des finitions.....	207
II.3.1	Dispersion dans une résine modèle des zéolites et des β -cyclodextrines.....	208
II.3.2	"Greffage" d'entités adsorbantes en surface de la finition poudre.....	209
II.4	Caractérisation des finitions fonctionnalisées.....	211
II.4.1	Observation des feuil.....	211
II.4.2	Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis de lavages.....	211
II.5	Evaluation de l'effet dépolluant des principes actifs.....	211
II.5.1	Montage mis en œuvre pour tester l'efficacité des particules de zéolite comme adsorbant.....	211
II.5.2	Montage et matériel utilisés pour tester la dépollution de l'air par les adsorbants choisis en conditions proches du réel.....	212
III	RESULTATS ET DISCUSSION.....	214
III.1	Etude de l'effet barrière des finitions poudres.....	214
III.1.1	Emissions polluantes du MDF brut.....	214
III.1.2	Comparaison des émissions polluantes des différents systèmes MDF-finition.....	215
III.1.3	Conclusions sur l'impact des finitions poudres sur la qualité de l'air.....	222
III.2	Traitement corona des finitions avant "greffage" de particules en surface.....	223
III.2.1	Mouillabilité des finitions poudres sans traitement corona.....	223
III.2.2	Effet du traitement corona sur la mouillabilité des finitions poudres.....	225
III.2.3	Impact du traitement corona sur la chimie de surface des finitions poudres.....	225
III.2.4	Impact physique du traitement corona sur les finitions poudres.....	229
III.2.5	Conclusion et discussion sur le traitement corona.....	231
III.3	Caractérisation des films de finition.....	232
III.3.1	Dispersion des adsorbants dans la résine modèle.....	232
III.3.2	Adsorbants en surface du feuil de finition poudre.....	233
III.3.3	Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis des lavages.....	234
III.4	Résultats de l'étude sur l'assainissement de l'air par les adsorbants.....	238
III.4.1	Efficacité des zéolites pour l'assainissement de l'air intérieur.....	239
III.4.2	Dépollution de l'air par dispersion des adsorbants dans la résine modèle.....	240
III.4.3	Dépollution de l'air par "greffage" des adsorbants sur la finition poudre.....	242
IV	CONCLUSION.....	245
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	247

CONCLUSION GENERALE..... 251

VALORISATION SCIENTIFIQUE ET INDUSTRIELLE DE LA THESE

ANNEXES

INTRODUCTION GENERALE

La directive européenne 1999/13/CE a réglementé les émissions de composés organiques volatils et de ce fait affecté de nombreux secteurs industriels, notamment celui des peintures et des vernis. Afin de remplacer les formulations traditionnelles à base de solvants, de nouvelles technologies sont apparues : base aqueuse, haut extrait sec (environ 70% solide et 30% solvant), UV liquides (exemptes de solvants), et poudres thermiques et UV (100% solides). Ces dernières sont au coeur de notre étude et ont toute leur place dans le contexte actuel de préservation de l'environnement et le développement de technologies alternatives innovantes.

Notre travail s'insère dans le vaste programme de recherche ARN-08-ECOT-011 POUDRABOIS, développé au Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur le MATériau Bois de l'Université de Nancy I et au Laboratoire de Photochimie et d'Ingénierie Macromoléculaire de l'Université de Haute Alsace. Il associe également plusieurs industriels Ecofia, AkzoNobel, Ober, Frachon et il est coordonné par le CRITTBois d'Epinal (Centre de Ressources, d'Innovation et de Transferts de Technologies).

Le projet a pour objectif de se pencher sur le poudrage à sec de peintures et de vernis sur le bois ou sur des matériaux dérivés de type MDF et multiplis.

Ce procédé, bien maîtrisé et largement utilisé sur substrats métalliques (secteurs automobiles, électroménager, construction), l'est moins sur un substrat hétérogène et thermosensible comme le bois. Dans le secteur de l'ameublement, l'optimisation de cette technologie permettrait son développement et aussi de réduire considérablement les émissions de polluants organiques au sein de la filière, tout en proposant de nouvelles caractéristiques, en termes de textures et de durabilité.

Au cours du process, la poudre doit être (i) déposée sur le substrat, (ii) fondue, puis (iii) polymérisée. Concernant le premier point, puisque les finitions poudre sont souvent plus chères que les finitions liquides, il faut que la pulvérisation de la poudre sur le substrat soit très efficace pour qu'elle puisse concurrencer le procédé classique. Un bon rendement de transfert de la poudre sur le substrat est permis par son application par voie électrostatique. Le substrat doit donc être conducteur pour que les particules de poudre chargées puissent y adhérer. La conductivité est liée à différents paramètres et notamment à l'humidité qu'il est important de contrôler dans une ligne de finition. D'autres facteurs dimensionnels et

INTRODUCTION GENERALE

techniques (par exemple le préchauffage) entrent en jeu dans l'efficacité du dépôt de poudre. S'agissant de la cuisson (fusion et polymérisation), l'application des conditions de température du procédé traditionnel (10 à 40 minutes entre 140 et 160°C) est inadaptée aux matériaux thermosensibles, ce qui a conduit au développement des formulations poudres ULB et UV. Malgré tout, l'expérience actuelle montre que d'autres ajustements de paramètres sont nécessaires pour l'obtention d'une qualité de feuil convenable.

Il y a donc de nombreux paramètres à régler, qui sont parfois en contradiction les uns vis-à-vis des autres, sans compter la variabilité de la nature et de la préparation du substrat. Il est nécessaire d'étudier de près ces facteurs ainsi que leurs interactions pour faire progresser cette technologie de finition, tout cela dans l'optique principale de pouvoir obtenir un procédé reproductible et garantissant une qualité pérenne à l'échelle industrielle. C'est l'objet du premier chapitre de ce manuscrit.

L'une des caractéristiques que l'on demande à une finition est d'être durable. Cette propriété est intimement liée à l'adhérence du feuil sur son substrat, elle-même tributaire, entre autres, des caractéristiques mécaniques de la finition et de sa pénétration dans le support. Le chapitre 2 décrit donc une étude originale de l'interface finition-substrat, qui prend en compte la variabilité du support, et dans laquelle la pénétration du polymère en cours et en fin de cuisson est déterminée grâce à la microtomographie RX.

Les finitions poudres appliquées sur des matériaux bois sont encore principalement dédiées à des utilisations pour l'ameublement et l'agencement intérieur. Dans le chapitre 3, nous étudions le comportement de différents systèmes substrat-finition en milieu humide afin d'identifier les paramètres à ajuster, tant au niveau du support que des formulations pour élargir leur champ d'applications à des utilisations extérieures.

La préparation des revêtements poudres fonctionnalisés représente un axe de développement intéressant pour satisfaire la demande des consommateurs dans le marché spécifique de l'ameublement. Les deux derniers chapitres y sont consacrés. Dans le chapitre 4, nous avons préparé des films à propriété antibactérienne par ajout d'argiles substituées par des ions argent en s'attachant à conserver les principales caractéristiques mécaniques du feuil. Le chapitre 5 vise à conférer aux finitions des propriétés multifonctionnelles par ajout d'entités telles que des zéolites et des β -cyclodextrines. Nous nous sommes notamment intéressés aux propriétés adsorbantes et au pouvoir de rétention d'un COV particulièrement nocif qu'est le formaldéhyde.

Une synthèse bibliographique précède les cinq chapitres dont est constitué ce manuscrit.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I. INTRODUCTION	4
I.1. Le contexte sanitaire, environnemental et législatif	4
I.2. Les solutions de finition actuelles qui réduisent les émissions de COV	5
I.3. Cas des finitions poudres.....	7
II. LES FINITIONS POUDRES UTILISEES DANS L'INDUSTRIE.....	8
II.1. Historique des finitions poudres	8
II.2. Les formulateurs de finitions poudres.....	10
II.3. Les produits de finitions utilisés et les améliorations apportées	10
III. LES ETAPES D'UNE LIGNE DE FINITION POUFRE	13
III.1. Le préchauffage Infrarouge	13
III.2. L'application de la poudre par voie électrostatique.....	14
<i>III.2.1. Le procédé par chargement sous effet corona (charge par ionisation).....</i>	<i>15</i>
<i>III.2.2. Le procédé par effet triboélectrique.....</i>	<i>15</i>
III.3. La fusion et la polymérisation par rayonnement IR ou UV.....	16
<i>III.3.1. Fusion et polymérisation par convection de chaleur ou rayonnement IR.....</i>	<i>16</i>
<i>III.3.2. Polymérisation par rayonnement UV.....</i>	<i>18</i>
<i>III.3.3. Le refroidissement de la finition.....</i>	<i>20</i>
IV. ADAPTATION AU POUFRAGE DES MATERIAUX POREUX ET/OU THERMOSENSIBLES.....	20
IV.1. Les avantages techniques de la polymérisation UV	21
IV.2. Les avantages esthétiques et de résistance de la polymérisation UV	22
V. LES PROBLEMES TECHNIQUES ET DE QUALITE DES FINITIONS LIES A CE PROCEDE	23
V.1. Restrictions économiques	23
V.2. Restrictions dans les matériaux.....	23
V.3. Restrictions de qualité	24
V.4. Restrictions de la cuisson UV.....	25
V.5. Conclusions et améliorations à apporter.....	25
VI. L'ELARGISSEMENT DES FONCTIONNALITES INNOVANTES DES FINITIONS POUFRES	26
VI.1. Les attentes de la clientèle et les exigences.....	26
VI.2. Les avancées technologiques sur la fonctionnalisation des revêtements et des polymères	26
VII. LES METHODES DE CARACTERISATION DES PROPRIETES DES FINITIONS A TRAVERS DES ESSAIS NORMALISES	28
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	31

I. INTRODUCTION

I.1. Le contexte sanitaire, environnemental et législatif

Parmi les multiples facteurs qui influent sur la santé humaine et le développement des pathologies, la qualité des milieux ainsi que les modifications environnementales jouent un rôle fondamental ^[1]. En effet, il est avéré que certaines pathologies sont aggravées, voire déterminées, par l'environnement.

Ce sont les composés organiques volatils (COV) avec d'autres polluants (métaux lourds, monoxyde de carbone, dioxyde de carbone, ...) qui sont les principaux responsables de ces dégradations sanitaires. Ces composés sont, pour la majorité, issus de sources anthropiques telles que les transports routiers et l'industrie manufacturière (émissions dues à certains procédés industriels impliquant la mise en oeuvre de solvants) ^[2] (Figure 1), regroupent une multitude de substances et leur volatilité leur confère une aptitude à se propager plus ou moins loin de leur lieu d'émission. Les COV les plus connus sont le butane, le propane, l'éthanol, l'acétone, les solvants de peintures, d'encres, ... ^[3].

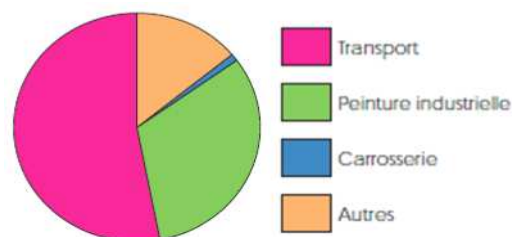


Figure 1: Les COV en Europe (2003) ^[4]

C'est pour réduire les impacts des COV sur l'environnement et la santé des êtres vivants, que les émissions de COV doivent être réduites et réglementées. Ces efforts doivent être réalisés en parallèle avec des activités de prévention tant au niveau du personnel que de celui des utilisateurs. Aussi, sur le plan environnemental, pour réduire la quantité de COV, il est important de mettre en place des méthodes de protection ^[5], tout en procédant au recyclage, afin de contrôler la pollution et éliminer les matières non réutilisables de manière propre.

La Directive 1999/13/CE du 11 mars 1999, relative à la réduction des émissions de composés organiques volatils dues à l'utilisation de solvants organiques dans certaines activités et installations, définit un COV comme tout composé organique ayant une pression de vapeur égale ou supérieure à 0,01 kPa à une température de 293,15 K ou ayant une volatilité correspondante dans les conditions d'utilisation particulières.

La France, à travers le protocole de Göteborg signé en 1999, s'est engagée à réduire ses émissions de COV non méthaniques d'un niveau de 2 300 kT en 1998 à un niveau de 1 100 kT en 2010 ^[3]. Cet engagement a été officialisé en novembre 2001 lors de la parution de la directive NEC (National Emission Ceilings).

Les problèmes de santé-environnement étaient donc déjà pris en compte dans la réglementation française. Pour atteindre ces objectifs, le gouvernement a lancé en juin 2004, sous la double égide de l'Union européenne et de l'Organisation mondiale de la santé (OMS), un plan national santé-environnement (PNSE), décliné en plans régionaux santé-environnement (PRSE), nouvelle étape dans la prévention des risques ^[1].

La législation tend à se durcir de plus en plus ces dernières années quant aux émissions de COV et aux dangers des produits chimiques face aux chiffres alarmants. En effet, la nouvelle réglementation chimique européenne REACH (enRegistration, Evaluation et Autorisation des substances CHimiques) entrée en vigueur le 1er juin 2007, a pour objectif d'offrir au public une meilleure protection vis-à-vis des substances chimiques intentionnellement produites. Il s'agit probablement de la réglementation la plus ambitieuse et la plus importante de ces 20 dernières années et elle va permettre de changer en profondeur la manière dont les substances chimiques sont gérées ^[1]. En vertu de ce règlement, toutes les substances chimiques (mais aussi toute matière, préparation de type colorant, peinture ou article tels que des meubles, des véhicules, etc.) produites ou importées à plus d'une tonne par an et par fabricant, y compris celles qui circulent déjà depuis 1981, doivent faire l'objet d'une analyse de risques et être testées par leurs fabricants dans les dix prochaines années ^[6]. Un des objectifs de REACH est de s'assurer que les substances chimiques extrêmement préoccupantes soient abandonnées et remplacées par des alternatives plus sûres.

Par ailleurs, les finitions qui contiennent des produits de préservation (activité biocide) sont également concernées par la Directive Biocide 98/8 et devront obtenir une Autorisation de Mise sur le Marché (AMM) pour le type 8 ^[7].

I.2. Les solutions de finition actuelles qui réduisent les émissions de COV

Les produits tels que les adhésifs, les résines, les fixateurs, les peintures, laques, mais aussi les produits de préservation du bois peuvent avoir un fort impact environnemental et jouer ainsi en défaveur de l'utilisation de ce matériau. Ceci ne doit cependant pas dégrader la bonne perception du bois par le public ^[8]. Dans ce contexte, le but des formulateurs de finitions est aujourd'hui de proposer des produits, qui, en plus d'apporter une protection au

substrat, doivent également être plus respectueux de l'environnement. L'évolution des produits s'oriente donc vers la réduction de l'émission de COV tout en conservant de bonnes résistances physico-chimiques et mécaniques ^[9]. Plusieurs voies sont envisageables pour parvenir à ces objectifs :

- l'utilisation de produits de finition à haut extrait sec : ils ne contiennent généralement que 20 à 30% de solvant. Ils peuvent être à un seul composé (oligomères hydroxylés avec des aminoplastes ou oligomères carboxylés avec des époxydes) ^[10], ou bien bicomposants (oligomères hydroxylés et polyisocyanates généralement utilisés en tant que résines) ^[11].

- l'utilisation de produits de finition en phase aqueuse : aujourd'hui, leur teneur en solvants organiques ne dépasse pas 3 à 5% et ils sont utilisables pour des réticulations sous rayonnement UV et IR ^[10]. Les liants sont des résines organiques hydrophobes sur lesquelles on greffe des groupements polaires (carboxyliques, hydroxylés ou aminés) et sont ajoutés à de l'eau contenant de petites quantités de cosolvants organiques (alcools ou éthers de glycol) pour faciliter l'hydrophilisation ^[11].

- l'utilisation de produits sans solvants : sont compris dans cette famille, les systèmes à résines bicomposants de type PU à basse température de cuisson (problème du diisocyanate comme durcisseur) ^[10], et les finitions poudres (10% de la production mondiale de peintures ^[11]) ininflammables et qui présentent de moindres risques pour la santé ^[9]. Ces dernières constituent le sujet de notre étude.

La Figure 2 montre l'évolution respective des différents types de finitions au cours des 15 dernières années (données non communiquées des 4 dernières années pour les poudres).

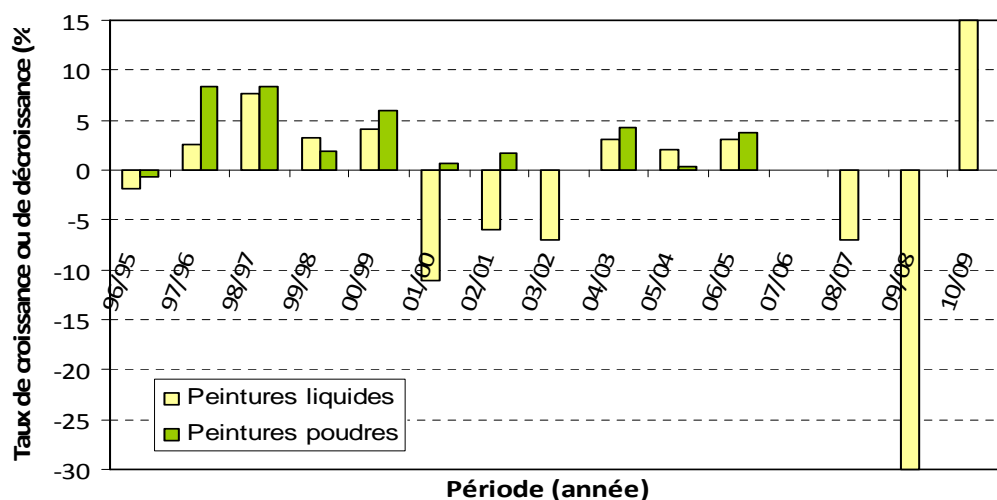


Figure 2: Evolution du marché français des différents types de peinture depuis 1995 par rapport à leur vente (données FIPEC) ^[12]

Ce sont les finitions à haut extrait sec et les finitions en phase aqueuse qui procurent les caractéristiques de film les plus proches de celles obtenues avec des produits en phase solvant, tout en polluant moins l'environnement et en consommant moins de matière première ^[13].

I.3. Cas des finitions poudres

Pour les finitions poudres et à durcissement par rayonnement, le respect de l'environnement est le meilleur, mais les coûts d'investissement sont encore trop élevés et les résultats en termes de variété d'esthétisme sont assez réduits. Bien que pour des applications sur le bois, les finitions poudres entraînent un relavage des fibres plus réduit qu'avec les peintures liquides ^[10], ce procédé reste cependant à améliorer et à promouvoir.

Les avantages des finitions poudres sont nombreux et leur compatibilité avec l'environnement est incontestable. On peut en effet citer de manière non exhaustive les points suivants : réduction de la place au sol de l'installation, temps de mise en place réduit (5 minutes maxi) ^[14], certaine facilité d'application (poudre livrée prête à l'emploi, pas de formation spécifique du personnel), rapidité de changement de couleurs (systèmes de pulvérisation des poudres entièrement automatisés, cabines autonettoyantes) ^[15], réduction de la quantité de matière appliquée sur le substrat (une seule couche de finition suffit pour obtenir une finition parfaite) ^[14], consommations d'énergie similaires voire inférieures à celles qui sont observées pour une finition aqueuse ^[16] (inconvenients des poudres thermiques réduits avec les poudres UV ^[17], températures bien plus basses (100-110°C) ^[14], économie de 30% environ par l'utilisation de poudres UV par rapport à des finitions liquides. L'excédent de poudre non retenu sur la pièce qui peut s'élever jusqu'à 45% ^{[19], [20]} est récupéré par aspiration dans la cabine de poudrage, filtré puis réinjecté dans le système d'alimentation. Cela se fait sans souillage d'eau, ce qui constitue un atout supplémentaire appréciable par rapport aux finitions liquides et on peut obtenir un rendement matière proche de 95%. Si les particules, après filtration, s'avèrent de trop faibles dimensions pour être réinjectées dans le circuit, elles sont brûlées sans former de dioxine car leurs composants ne contiennent pas d'hydrocarbures chlorés, ce qui simplifie fortement les systèmes d'épuration de l'air ^[10]. Elles peuvent également être revalorisées en tant que matière de base des adhésifs utilisés dans la fabrication de produits dérivés du bois tels que des panneaux de particules ou du MDF ^[21].

De façon globale, la réduction des risques sanitaires est rendue possible principalement grâce à l'absence de solvants irritants et inflammatoires (d'après des études réalisées par l'INRS, la majorité des résines ne possèdent pas de propriétés toxicologiques très sévères). Cependant la poudre peut constituer une sorte de poussière, qui, lorsqu'elle est inhalée ou

mise en contact avec la peau pendant une longue durée ou de manière répétitive ^{[1], [22]}, peut s'avérer dangereuse pour l'opérateur ^[23].

En ce qui concerne les phénomènes d'explosion spontanée, la concentration moyenne calculée dans les circuits de convection de poudre vers les cyclones se trouve aux alentours de 90 g/m³ (valeur calculée avec une taille moyenne des particules), ce qui est en deçà de la limite d'explosion des poudres en général ^[24]. Ce risque d'explosion est depuis longtemps pris en considération en Europe et en Amérique du Nord, avec le perfectionnement des systèmes de contrôle de l'empoussièrment, tant au niveau préventif qu'au niveau de la protection en cas de déclenchement ^[24].

II. LES FINITIONS POUDRES UTILISEES DANS L'INDUSTRIE

II.1 Historique des finitions poudres

L'arrivée sur le marché des résines thermodurcissables à la fin des années 50, a fait évoluer la technique des finitions poudres ^[1]. Elles sont déjà fortement utilisées dans l'industrie de la métallurgie, surtout pour les carrosseries d'automobiles. C'est *Honda* au Japon qui a commencé dans les années 80 à appliquer un primaire poudre. A suivi *Fiat* en Italie. *Général Motors* a débuté lentement en 1982 mais a poursuivi de manière plus importante dans les années 90. *BMW*, *Volvo* et *Audi* font partie des principaux constructeurs européens qui ont entamé des expérimentations avec les peintures poudres primaires ^[25].

En 2001, le marché des finitions poudres s'élevait à 36,5 kT, essentiellement pour des applications dans la finition d'objets métalliques ^[26]. Aujourd'hui, cette technologie connaît une croissance continue de 5 à 10 % par an renforcée ces dernières années par la législation européenne décrite précédemment ^{[27] [28]}. Selon le Groupe *Chemark Consultant*, le marché mondial des finitions poudres a augmenté d'une valeur de 4,30 millions de dollars en 2005 à 4,55 millions de dollars en 2006 alors qu'il y a dix ans, la valeur marchande était de 2,10 millions de dollars. L'augmentation annuelle actuelle de la quantité de poudre s'élève à 100 millions de tonnes et il semblerait qu'avec une telle croissance, l'utilisation des finitions poudres supplante à court et moyen terme celle des finitions liquides ^{[29], [30]}. Cependant, ce procédé reste encore assez peu développé pour les substrats tels que le bois et de nombreuses recherches sont mises en œuvre actuellement pour son application sur un tel matériau ^[29].

Après l'utilisation des poudres à polymérisation thermique classiques, sont apparues progressivement de nouvelles générations de poudres qui sont mieux adaptées à des matériaux sensibles thermiquement. Il s'agit des poudres de type ULB (Ultra Low Bake), qui

polymérisent à basse température (< 120°C) sous lampes IR avec circulation d'air chaud ainsi que les poudres UV, mises en œuvre plus récemment, qui ne nécessitent pas d'augmentation de température pour réticuler (Figure 3).

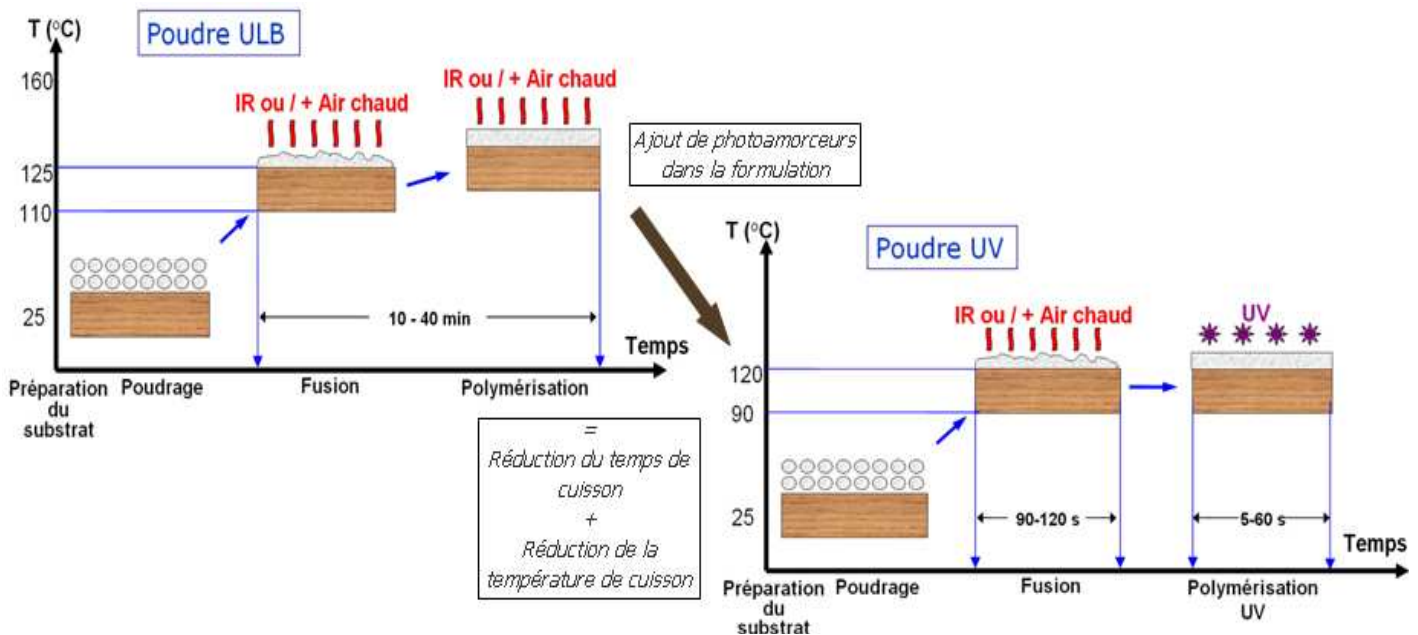


Figure 3: Différence de cuisson entre une poudre ULB et une poudre UV^[31]

C'est *Acre & Associates* (Angleterre) qui a été la première entreprise en Europe à utiliser ce type de finition UV sur un matériau thermosensible en 1999^[32], suivie par *Stilexo* (Angleterre), *Schiavello* (Autriche), *Vitra-Sauter* (Allemagne)^[26], *Décorative Veneer* (Etats-Unis) et *H&G Powder Painting of London* (Canada)^[33].

La combinaison des avantages des peintures poudres et de la polymérisation par rayonnement UV fait que ce type de procédé est particulièrement adaptable aux matériaux les plus sensibles à la chaleur : bois massif ou matériaux dérivés tels que le panneau de particules, le MDF et le contreplaqué^{[32],[14]}. Ces matériaux ne supportent pas d'être chauffés pendant une période prolongée à des températures supérieures à 120°C environ^[26] car leurs propriétés mécaniques, physiques, chimiques voire esthétiques sont fortement détériorées. En ce qui concerne la finition des plastiques, les poudres UV semblent particulièrement intéressantes afin de minimiser les déformations qui peuvent résulter d'une exposition prolongée à de fortes températures^[35].

L'application des poudres sur des substrats poreux tels que le bois massif pose cependant des problèmes car ces matériaux peuvent dégager de l'air ou d'autres gaz au cours du procédé, ce qui entraîne des défauts dans le film (bulles et craquelures)^[36].

II.2 Les formulateurs de finitions poudres

Les principaux formulateurs (*Akzo Nobel Powder Coatings, BASF Coatings, Becker Powder Coatings, DMS Coating Resins, DuPont Powder Coatings, Europolveri, IGP Pulvertechnik, Oxyplast, Morton Powder Coatings, Tigger, Ferro, Morton, Jotun*) ont une gamme de poudres à polymérisation thermique ou sous rayonnement UV applicables sur MDF et sur bois ^[35], ^[14].

II.3 Les produits de finitions utilisés et les améliorations apportées

En Europe, on utilise 3 grands groupes de liants thermodurcissables ^[11], sous l'action de la chaleur et éventuellement en présence d'un catalyseur. Ils forment une structure tridimensionnelle indéformable et le feuil obtenu est alors non fusible et insoluble. Il s'agit :

A) des résines époxydes mélangées avec des composés aminés ou avec des anhydrides d'acides. Les époxydes sont issues de la réaction de condensation entre un cycle oxyrane (que l'on trouve typiquement dans l'épichlorhydrine) et un réactif à hydrogène mobile (acide, amine, alcool, phénol) tel que le bisphénol A,

B) des mélanges de résines polyesters carboxylés et de résines époxydiques avec ou sans isocyanurate de triglycidyle (TGIC). Ce système de liant est aujourd'hui le plus répandu (60% des poudres),

C) des résines polyuréthanes (PU), qui sont en fait un mélange de polyesters hydroxylés et d'isocyanates cycloaliphatiques ou cycloaromatiques. Ces résines confèrent au film une bonne résistance vis-à-vis des solvants et de l'eau.

Les caractéristiques des résines utilisées sont répertoriées dans le Tableau 1 :

Résine	Cuisson	Caractéristiques principales	Utilisation finale	
			Intérieur	Résistance aux UV
A) Epoxy	120 - 140 °C	Excellente résistance chimique Très bonnes propriétés mécaniques	×	
B) Epoxy-Polyester	130 - 140 °C	Bonne résistance chimique Très bonnes propriétés mécaniques	×	
C) Polyuréthane-Polyester	140 - 150 °C	Bonne résistance aux UV	×	×

Tableau 1: Caractéristiques des principales résines utilisées pour les poudres

Il a fallu adapter la majorité des résines présentes sur le marché aux formulations des peintures poudres UV.

La faible résistance des résines polyépoxydiques pour un usage extérieur a contribué à l'essor de résines polyesters et acryliques avec d'abord des polyesters à fonctions hydroxyles

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

(1969), puis à fonctions carboxyliques (1972). L'apparition du TGIC a permis aussi de mettre au point des résines polyesters aux performances extérieures remarquables ^[37]. Les polyesters insaturés mélangés avec des acrylates ^[38] ou des méthacrylates ^{[39], [40], [41]}, des polyacrylates insaturés ^[42], les polyesters à base d'acide fumarique seuls ou en combinaison avec des vinyléthers uréthanes ^[43] sont des solutions attrayantes. Il a été également montré que des résines méthacrylates liées à des atomes de phosphore auraient des propriétés de résistance au feu ^[44].

Des systèmes à base d'uréthane insaturé sont également mis en œuvre ^[43]. Les uréthanes acrylates combinent les performances des polyuréthanes en termes de haute résistance à l'abrasion, de dureté, de résistance à la rayure, et les performances des polyacrylates en termes de propriétés optiques (affinité avec les pigments) et de résistance aux agressions climatiques ^[45]. D'après une étude, une amélioration significative de la dureté du film de polyuréthanes est observée lorsque 50% en masse d'acrylates sont ajoutés à la formulation (de 2B à 5H)*, ainsi qu'une nette amélioration de la résistance de la finition aux produits acides et basiques ^[46].

Les films composés de résine époxy vieillissent rapidement à haute température (>100°C) et souffrent d'un manque de souplesse, d'élasticité, d'adhésion. Des résines époxy acrylates ou méthacrylates ^[47], mais également des résines époxy spécifiques ^{[48], [49]} ont fait l'objet de nombreuses études en vue d'améliorer la stabilité thermique de ces résines.

Les résines époxy-acrylates ont l'avantage d'être très réactives et la structure de leur chaîne peut être modifiée ^[50]. Ces modifications structurales permettent à la finition d'avoir de bonnes propriétés après cuisson, d'excellentes performances d'adhésion avec le substrat (dues à la présence de groupements hydroxyles). Cependant, les films à base d'époxy-diacrylates cuits sous UV sont très fragiles et se fissurent rapidement ^[51]. La flexibilité des résines époxy à terminaisons bisacrylates a donc été augmentée par l'ajout d'acide sébacique, (relié par une liaison méthylène), ce qui améliore considérablement l'adhésion de la résine au substrat donc sa résistance au vieillissement, ou bien par ajout d'extensions de diisocyanate isophorone, ce qui donne à la résine une bien meilleure résistance thermique ^[52], ou encore en incorporant une quantité croissante de silicone ^[49], ce qui améliore aussi de manière considérable la résistance à l'arrachement, la dureté du film, ainsi que sa résistance aux produits chimiques (5% d'acide sulfurique, 5% de soude).

* : dureté crayon ou Wolff-Wilborn : domaine des surfaces fragiles (peinture, revêtement,...), trace laissée par un crayon dans la gamme 6B à 7H sous une charge de 7,5 N et un angle de 45°.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

La stabilité thermique des résines époxy acrylates à polymérisation UV peut être modifiée avec des quantités variables de siloxane comme agent de couplage ^{[53]-[59]}. En effet, une telle finition hybride avec une forte quantité de molécules inorganiques se comporte très bien sous contrainte mécanique (contrainte de traction jusqu'à 42 MPa pour 20% d'isocyanatopropyl triméthoxysilane (IPTMS) et module d'élasticité de 4513 MPa pour 50% de IPTMS), sans observation d'une quelconque dégradation du feuillet en dessous de 100°C (seule une perte de masse est observable entre 650 et 700°C due probablement à l'oxydation des siloxanes à ces températures)).

Les résines polyester-époxy sont les plus adaptées à la polymérisation sous UV, mais le ratio entre polyester et époxy affecte les résultats quant à la résistance aux tests de vieillissement climatique : le jaunissement du film est moins prononcé lorsque la quantité de polyester domine ^[60]. Il a été également montré que greffer des monomères plurifonctionnels de type acides sur des chaînes de polyesters semble apporter des améliorations aux formulations mixtes polyester-époxy ^[61].

Dans une autre étude menée par *DSM Resins* ^[62], deux types de liants polymérisant sous rayonnement UV et à base de polyester insaturé et d'uréthane vinyl éther ont été comparés. L'un était semi cristallin (polyester insaturé amorphe et composé uréthane vinyl éther semi-cristallin) et l'autre amorphe (polyester méthacrylates amorphe). Ils ont été testés sur des panneaux de MDF. Il s'avère que dans les deux cas, après un traitement UV (3500 mJ/cm²), la finition a de bonnes propriétés en termes d'adhésion, de dureté, de brillance, ainsi que de résistance vis-à-vis des solvants (cétones), qu'elle soit transparente ou pigmentée. Les résultats ont montré notamment que le liant semi-cristallin est une bonne solution pour l'obtention de films correctement polymérisés et avec un aspect brillant et lisse, alors que le liant amorphe est idéal pour des applications où une forte texture et une assez faible brillance sont souhaitées.

En conclusion, en 2005, le marché des revêtements en poudre représentait 800 kT dans le monde, dont 230 kT en Europe et 35 kT en France avec la répartition suivante : 10% de systèmes polyépoxydes, 50% de systèmes hybrides époxy-polyester, 40% de systèmes polyesters à moins de 0,3% de polyuréthanes ^[35].

III. LES ETAPES D'UNE LIGNE DE FINITION POUVRE

La Figure 4 donne le principe général de fonctionnement d'une chaîne de finition poudre. Chaque étape du procédé est décrite dans ce chapitre.

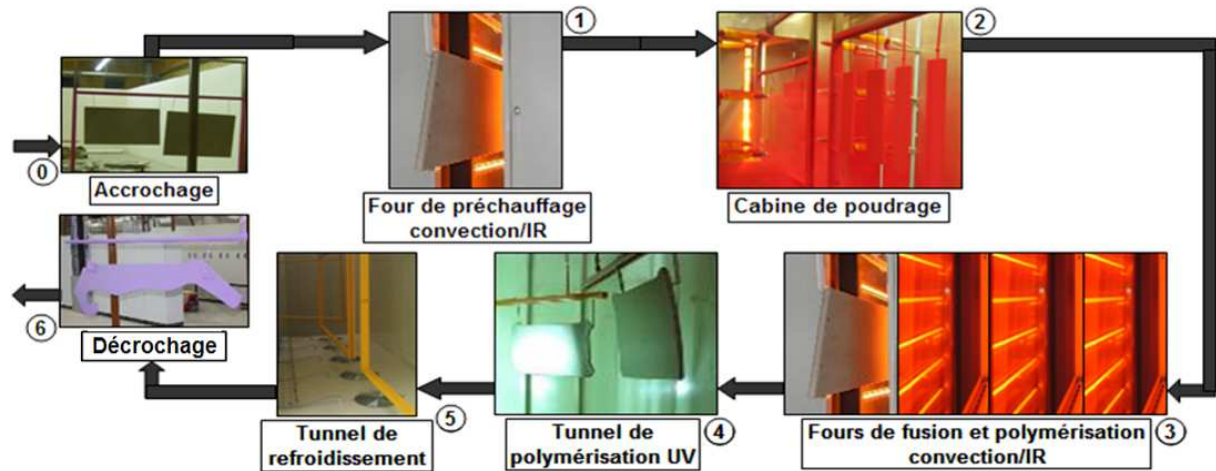


Figure 4: Principe général d'une chaîne de finition poudre

III.1 Le préchauffage Infrarouge

Le préchauffage du substrat permet de faire migrer son humidité en surface, ce qui le rend ainsi plus conducteur et donc améliore le taux d'adhérence de la poudre ^[29]. Dans le cas du bois, il s'avère nécessaire de recourir à une étape de séchage avant le préchauffage afin que l'humidité du bois soit comprise entre 8 et 22%. Cela permet de réduire les risques de cloquage ^[36]. Par exemple, pour le MDF, la densité sur le profil du panneau et la teneur en humidité influencent beaucoup la qualité de l'application électrique de la poudre sur le substrat.

Dans les fours à IR, la surface du matériau est très vite réchauffée et cela de manière très contrôlée, alors que l'âme du matériau reste à faible température si bien que le matériau ne se décolore pas ou ne se déforme pas ^[62]. La température de la surface du substrat et donc de la couche de finition est déterminée essentiellement par la puissance des lampes et la distance entre le substrat et les lampes ^[63].

D'une manière générale, d'après les études menées par *DMS Resins* ^{[36], [62]}, il faut préchauffer le substrat de manière à ce que sa surface atteigne une température maximale T_{max} d'environ 5 à 20°C supérieure à la température de fusion T_f (pour les résines semi-cristallines) ou de la température de transition vitreuse T_g (pour les résines amorphes) de la poudre, ce qui nous amène entre 80 et 120°C pour les poudres à polymérisation thermique et entre 60 et 90°C pour les poudres à polymérisation UV ^[64]. Aussi faut-il atteindre une

température suffisante pour que la poudre fonde entièrement afin d'obtenir une finition avec un aspect et des propriétés acceptables.

Le temps de préchauffage peut durer entre 1 et 300 secondes selon la nature du support. Pour le bois et le MDF par exemple, l'humidité dépend beaucoup de l'épaisseur de la pièce et de son profil de densité^[65] ; le temps de préchauffage en dépend par conséquent.

III.2 L'application de la poudre par voie électrostatique

Utilisée dès 1965, la pulvérisation électrostatique a permis le fort développement des peintures poudres ces dernières décennies^[66]. Elle s'effectue dans des cabines de poudrage dans lesquelles tous les paramètres de pulvérisation et de ventilation sont réglés numériquement. Les particules de poudre n'adhèrent au substrat (relié à la terre) que parce qu'elles reçoivent une charge lors de leur passage dans le pistolet de pulvérisation.

La teneur en humidité du substrat doit être environ comprise entre 6 et 9% pour que sa conductivité soit suffisante et que le rejet de vapeur d'eau lors du chauffage de la poudre qui peut provoquer des bulles et des craquelures soit infime^[29].

Au moment de la pulvérisation, les particules de poudre sont chargées à l'aide d'un générateur de haute tension qui délivre jusqu'à 100kV^[9]. Un champ électrique est formé par ce générateur et les particules se déplacent selon les lignes de champ qui enveloppent la pièce. Les trajectoires précises des particules dépendent de l'équilibre qui s'établit entre les forces électrostatiques et les forces aérodynamiques près du pistolet de poudrage et des forces de Coulomb près du substrat. Cependant, la taille des particules et la puissance de la ventilation dans la cabine de poudrage jouent également un rôle très important sur la fixation des particules sur le support relié à la terre^[67]. Les nombreuses études réalisées sur les procédés électrostatiques ont permis de modéliser mathématiquement les trajectoires des particules.

Cette technique améliore les rendements en termes de fixation du produit de finition sur le substrat (jusqu'à 80% selon le substrat et la résine) et abaisse la consommation de produit par rapport à une pulvérisation classique (-30%). Elle permet également de peindre des pièces selon leurs trois dimensions en une seule passe^[9].

Il existe deux grands types de procédés électrostatiques pour l'application de particules sur un support :

III.2.1 Le procédé par chargement sous effet corona (charge par ionisation)

C'est le procédé le plus répandu et l'un des plus efficaces en termes de rendement de chargement électrique des particules et de temps de chargement (moins de 1s) ^[68]. La charge corona convient particulièrement au poudrage des objets dont les formes géométriques sont simples et ne présentent que des surfaces planes ^[69]. Ce mode de chargement génère des particules négatives (Figure 5).

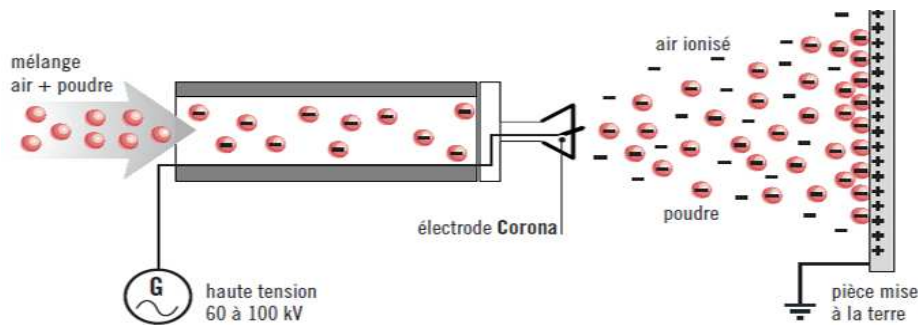


Figure 5: Principe de la pulvérisation électrostatique par effet corona ^[70]

La charge négative des particules de poudre est obtenue à partir d'électrons libres et d'air ionisé, formés dans un champ haute tension (habituellement 90 kV) par une ou plusieurs électrodes, placées à l'intérieur ou à la tête du pistolet ^[69].

III.2.2 Le procédé par effet triboélectrique

Dans ce procédé, les particules ne sont pas transportées par l'air dans un champ électrique extérieur, mais acquièrent une charge électrique à l'intérieur du pistolet grâce à un phénomène de collision et de friction entre elles et sur une matière plastique souvent recouverte de polytétrafluoroéthylène (PTFE) type Téflon[®] ^[69]. Ce passage rapide et turbulent charge ainsi les particules de manière exclusivement positive (Figure 6). Il a été montré que plus le tube en Téflon[®] est long, plus la prise de charge des particules est grande ^[71].

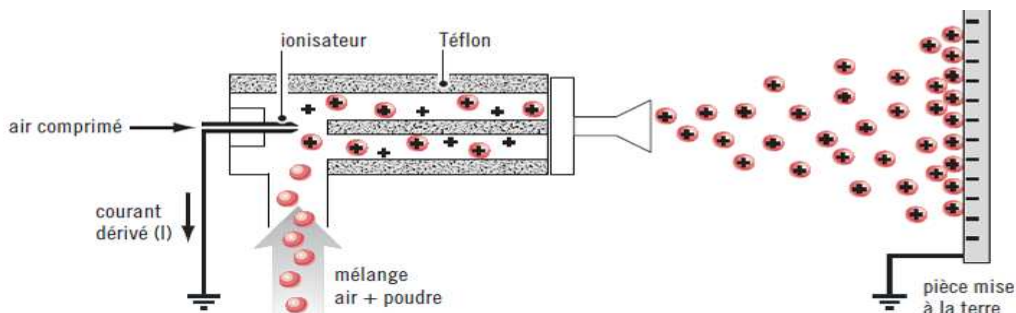


Figure 6: Principe de la pulvérisation électrostatique par effet triboélectrique ^{[70], [72]}

Les particules de poudre électriquement chargées sont guidées par le champ électrique et se déposent à la surface de l'objet. A la suite de l'application, la quantité de particules doit

être suffisamment importante pour que l'épaisseur moyenne du feuil sec soit comprise entre 50 et 100 μm [36]. Comme les particules ne se déchargent pas très rapidement, elles restent suffisamment adhérentes jusqu'à l'étape de fusion ultérieure [66].

Cependant, il subsiste encore aujourd'hui certains problèmes liés à l'application de poudre sur des substrats par le procédé électrostatique, notamment en termes de variabilité de grosseurs de particules à appliquer et de taux de transfert [73].

III.3 La fusion et la polymérisation par rayonnement IR ou UV

La réticulation a lieu après la fusion, par polymérisation radicalaire avec des peroxydes : c'est la réaction privilégiée pour les liants à base de polyesters et acryliques insaturés. Ceux-ci se transforment en molécules actives en présence de radicaux générés par des photo-amorceurs sous UV ou un bombardement électronique [11]. Les radicaux libres résultent de la rupture homolytique de liaisons covalentes et comme ils ne sont pas stabilisés par des groupements substituants, ils ont une durée de vie extrêmement brève, ce qui fait que la réaction de polymérisation radicalaire est très rapide et se fait à température ambiante [74].

III.3.1 Fusion et polymérisation par convection de chaleur ou rayonnement IR

Pour des supports thermosensibles, on choisira plutôt un apport de chaleur par rayonnement IR qui amène seulement la surface à une forte température, alors que l'intérieur de la matière reste à température ambiante. Avec cette méthode, les temps de refroidissement sont réduits, ce qui va dans le sens d'une productivité élevée [75].

La polymérisation est rendue possible par le rayonnement IR grâce à des lampes qui peuvent délivrer 3 gammes de longueurs d'ondes [9]. Les infrarouges courts permettent un chauffage très rapide de la surface du support, les infrarouges moyens assurent un chauffage progressif et plus en profondeur et les infrarouges longs couplés avec le principe de convection de chaleur constituent un chauffage de surface de la finition.

Certains procédés utilisent également des rayonnements dont les longueurs d'ondes sont situées entre 0,8 μm (domaine visible) et 1,5 μm (IR courts). On parle alors d'infrarouges rapprochés ou NIR (Near InfraRed) (Figure 7) :

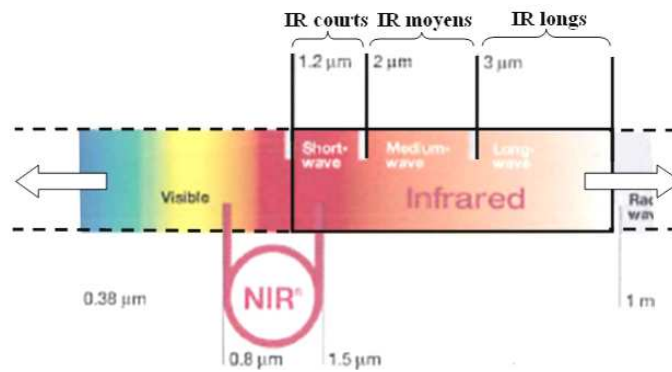


Figure 7: Spectre du rayonnement infrarouge ^[9]

Ce procédé permet d'apporter la chaleur suffisante pour éliminer les solvants éventuels et polymériser la finition en surface puisque les longueurs d'onde sont supérieures à celle de la lumière visible, mais sans trop chauffer le substrat par rapport à la convection d'air chaud (Figure 8).

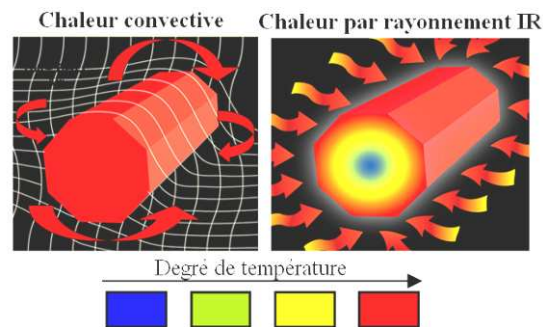


Figure 8: Comparaison entre chaleur par convection et par rayonnement IR ^[75]

Il faut laisser le temps à la poudre de s'étaler et fondre sur toute la surface du support et de manière homogène avant sa gélification et sa polymérisation définitive ^[35]. La pratique a permis d'établir une règle empirique qui précise que la température de cuisson doit être supérieure de 50°C à la température d'extrusion et au moins supérieure de 70 à 80°C à la température de transition vitreuse des poudres ^[69]. La fusion, la gélification et la polymérisation de la poudre ont lieu lorsque la surface du substrat atteint une température comprise entre 120 et 150°C pour les poudres thermiques puisque leur Tg s'élève à environ 55°C ^[10] (Tableau 2), sachant que cette température peut être abaissée à 100°C pour de nombreuses poudres UV ^[64].

Système poudre	Température de cuisson
Epoxydique	115-150°C
Polyester-Epoxy	135-150°C
Polyuréthane	≥ 150°C
Polyester-TGIC	> 135°C

Tableau 2: Températures de cuisson des principaux systèmes de poudre à polymérisation thermique

La température de cuisson a une influence sur la température de transition vitreuse de la finition comme le montre la Figure 9 pour des systèmes hybrides polyester-époxy ^{[76],[77]}.

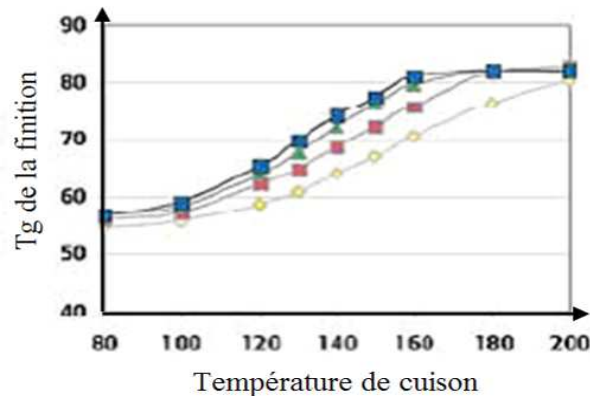


Figure 9: Influence de la température de cuisson sur la Tg de la finition

Pour polymériser entièrement, les peintures de type ULB doivent atteindre une température comprise entre 120 et 140°C pendant environ 2 minutes ^[64]. De nouvelles formulations permettent actuellement de réduire la température de fusion de la résine et ainsi aider à la préservation du support si celui-ci est thermosensible. Ces poudres à polymérisation à basse température (en deçà de 160°C) sont appelées « Low Bake » ou « Ultra Low Bake », comme basse ou ultra basse température de cuisson. Voici un schéma qui permet de voir la différence de température de polymérisation entre une poudre LB et une poudre thermique standard (Figure 10) :

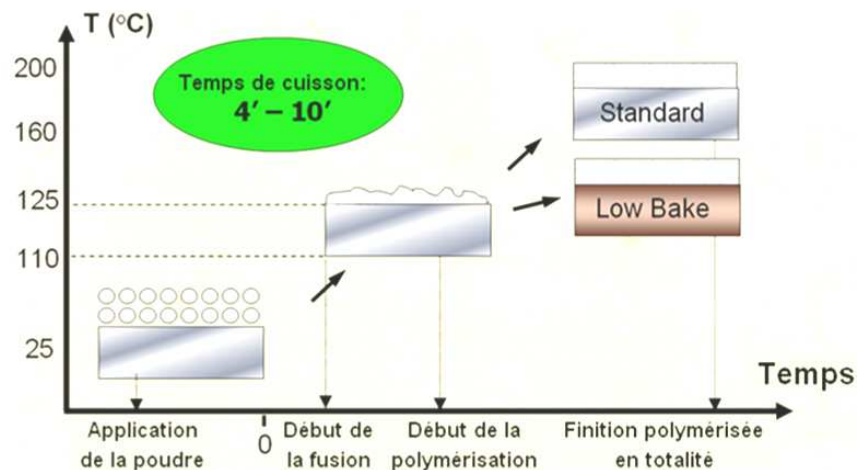


Figure 10: Différence de cuisson entre une poudre LB et une poudre standard ^[31]

III.3.2 Polymérisation par rayonnement UV

Les premières applications datent des années 1960 avec le développement des vernis pour le bois ^[11]. La poudre fondue devient un feuil dur uniquement sous l'apport d'une

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

énergie photonique qui dépend de la formulation. En effet, la puissance requise dépend beaucoup de la couleur utilisée et peut être ajustée en conséquence^[64].

Ce procédé est particulièrement bien adapté à des produits de finition à forte teneur pigmentaire. Les lampes émettent typiquement trois intervalles de radiations qui peuvent être appliqués selon la formulation et le matériel disponible^[78] (Figure 11) :

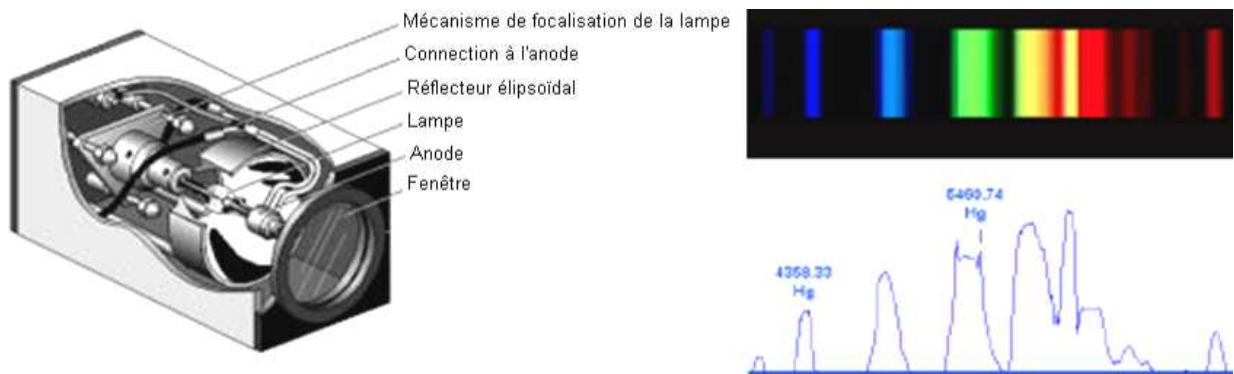


Figure 11: Lampe à vapeur de mercure haute pression

- longueurs d'ondes de 100 à 315 nm (UVB et UVC), qui sont obtenues en utilisant des lampes H (vapeur de mercure), centrées autour de 265 nm. Elles sont préconisées pour une polymérisation de surface et la polymérisation de poudres peu pigmentées ou transparentes,
- longueurs d'ondes de 320 à 400 nm (UVA) avec des lampes D (vapeur de mercure dopé fer), centrées sur 365 nm pour une bonne accroche de la finition sur le support,
- longueurs d'ondes de 400 à 450 nm obtenues avec des lampes V (vapeur de mercure dopé gallium, centrées sur 420 nm pour une polymérisation des couches épaisses^{[79], [80]}.

Grâce à des réflecteurs sélectifs d'UV à profils plans, elliptiques ou paraboliques formés à partir de feuilles d'aluminium ou de silicate de bore fortement polies, il est possible de choisir une longueur d'onde spécifique à l'intérieur du spectre de rayonnement émis par les lampes, tout en la concentrant sur les zones à réticuler.

L'intensité des lampes UV est la quantité d'énergie délivrée à une surface par unité de temps et s'exprime en $J/cm^2.s$ ou W/cm^2 . Pour des applications de poudre, une combinaison de lampes à vapeur de mercure et de gallium s'avère la plus efficace, bien que des lampes à mercure soient suffisantes pour des épaisseurs de film faibles (pic à 365 nm pour le mercure et 417 nm pour le gallium)^[81].

Cette méthode de polymérisation UV permet une séparation entre la fusion et la polymérisation, ce qui permet de polymériser à assez basse température et surtout de mieux contrôler les paramètres liés à la température^[63].

Les photoamorceurs présents dans la formulation amorcent la polymérisation de la résine (on parle de photopolymérisation) de façon quasi instantanée (0,1 à 0,5 s pour les résines acryliques et de 5 à 10 s pour les liants de type polyesters)^[9].

La température à laquelle la polymérisation par UV a lieu n'est pas un facteur majeur, mais il faut veiller à ce qu'elle ne soit pas trop réduite sinon les propriétés finales de la finition peuvent être modifiées. Elle est souvent comprise entre 25 et 150°C selon les formulations^[36]. Pour compenser le refroidissement éventuel de la surface du support (dû à l'action de la pulvérisation de poudre par les pistolets), il est possible d'ajouter une étape de réchauffage à température modérée avant le rayonnement UV.

III.3.3 Le refroidissement de la finition

Le refroidissement s'effectue dans des tunnels ventilés pour atteindre une température des pièces qui permette de les prendre en main et de les empiler, sans qu'elles ne collent entre elles. Il faut donc que la température en sortie du tunnel de refroidissement soit inférieure à la T_g (Figure 12).

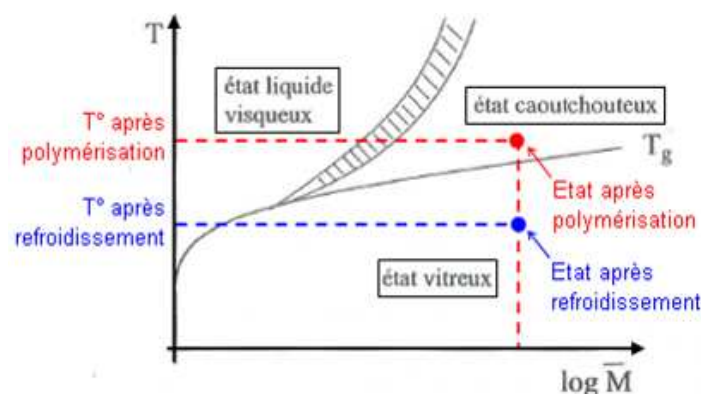


Figure 12: Influence de la température sur l'état physique de la finition^[74]

IV. ADAPTATION AU POUDRAGE DES MATERIAUX POREUX ET/OU THERMOSENSIBLES

S'agissant du poudrage de matériaux poreux et/ou sensibles à la chaleur, une étude réalisée par *DSM Resins*^[36] utilisant une résine polyester a montré que la cuisson doit se faire de façon à ce que la température du substrat n'ait pas augmenté entre l'étape de préchauffage et l'étape de cuisson. D'après des essais réalisés sur des bois massifs poreux, notamment sur des échantillons de chêne et de noisetier et avec une épaisseur de finition de 100 μm environ, la température en surface de la finition ne doit pas augmenter pour éviter un dégazage du matériau et ainsi éviter des défauts de la finition. En ce qui concerne la température du

substrat, elle doit aussi rester constante ou diminuer très lentement sans atteindre la température limite optimale pour la phase de condensation.

IV.1 Les avantages techniques de la polymérisation UV

Par rapport à la réticulation par action thermique, le rayonnement par UV permet une séparation technique et réactionnelle de la fusion et de la réticulation de la poudre (cf. Figure 3). Ainsi, il est possible de mieux régler les paramètres de chacun des appareils, d'obtenir des conditions optimales de durcissement, de qualité de feuil sec ^[82] et des états de surface de film différents (lisses ou texturés) ^[31].

Les avantages des poudres UV sont la température plus faible nécessaire à la cuisson et le temps réduit d'exposition à la chaleur par rapport à une poudre à polymérisation thermique. Il a été montré qu'un cycle complet avec polymérisation totale d'une finition poudre UV prend entre 40s et 8 min (dépend de la formulation, de la puissance des lampes utilisées, de la vitesse du convoyeur,...), contre 6 à 24 min pour un processus classique de poudre qui polymérise sous apport de chaleur ^{[63], [82], [83]} (Tableau 3).

	Poudre UV	Poudre thermique
	Temps de cycle	
	90 s de préchauffage	15 min. de préchauffage
	90 s de durcissement	5 min. de cuisson
	Température du panneau (°C)	
Après préchauffage	100	120
Après poudrage	60	85
A la fusion de la poudre	110	-
A la polymérisation	85	135

Tableau 3: Comparatif entre une finition poudre UV et une finition poudre thermique ^[29]

Il a été montré que la température à la surface du substrat recouvert d'une poudre à polymérisation thermique à basse température ne doit pas dépasser les 130-135°C afin d'obtenir un état de surface optimal. Pour les peintures à polymérisation UV, cette température est abaissée à 110°C environ ^[76] (Figure 13) car ce type de polymérisation est exothermique et peut encore élever la température de surface du support.

Cette faible température nécessaire au durcissement de la poudre UV, implique que les chaînes de finitions sont généralement plus compactes car les tunnels de refroidissement sont moins longs que ceux nécessaires au refroidissement des finitions poudre à polymérisation thermique ^[29].

Par ailleurs, la réduction de la consommation d'énergie est considérable par rapport à un processus thermique ^[63], puisqu'une dose d'UV de 1000-1500 mJ/m² est suffisante pour polymériser une couche de 100 µm d'épaisseur.

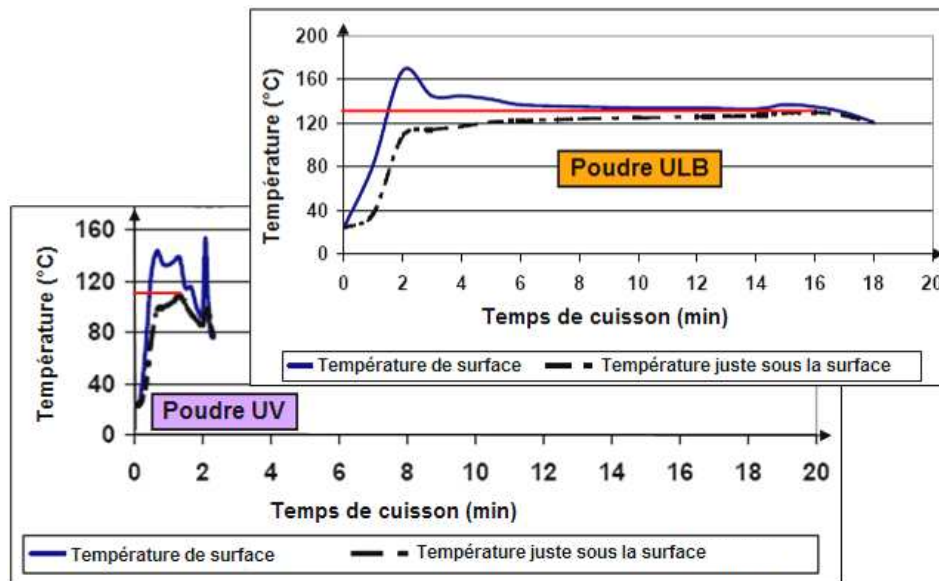


Figure 13: Différence des cycles de température entre poudre ULB et poudre UV

La combinaison des molécules de polyesters et de résines époxy développée pour les formulations de peintures poudres UV a permis d'améliorer le procédé applicable au bois massif ou aux matériaux dérivés du bois, mais également aux plastiques et aux métaux ^[31]. Bien que ces résines soient souvent utilisées pour les peintures poudres thermodurcissables depuis plus de 20 ans, leur durcissement est tout juste suffisant lorsque le chauffage se fait à basse température (environ 120°C), température nécessairement basse pour les substrats tels que le bois. L'avantage des peintures poudres UV est donc d'atteindre très vite un durcissement du film sur des matériaux thermosensibles en rajoutant un rayonnement UV ^[60].

IV.2 Les avantages esthétiques et de résistance de la polymérisation UV

Outre les avantages de la polymérisation UV en termes économiques et environnementaux, une caractéristique des poudres UV est que les modalités de la puissance et de la durée du rayonnement ont une influence directe sur la brillance du feuillet final ^[84]. Une radiation faible va contribuer à une brillance faible et inversement ^[85].

Selon plusieurs études ^[86], ^[87], les poudres UV ont généralement de bonnes performances de surface pour une épaisseur de feuillet sec compris entre 35 et 100 µm. La dureté de ces finitions peut atteindre 4H (pour la dureté crayon), la résistance à l'arrachement répond parfaitement aux exigences de l'industrie des cuisines (2N pour les plans de travail et 1,5N pour les autres parties), l'abrasion également répond à ces exigences (NF EN 438-2 :

450 tours pour voir apparaître la moitié du support, seulement 0,9 mg de perte de masse pour 500 tours à 500 g de charge), la résistance à la rayure est très bonne, les formulations présentent une excellente résistance aux produits chimiques, excepté vis-à-vis de l'acétone après une exposition de 16h et la résistance à la chaleur (humide ou sèche) de finitions texturées est relativement bonne et répond aux exigences du mobilier de cuisine.

V. LES PROBLEMES TECHNIQUES ET DE QUALITE DES FINITIONS LIES A CE PROCEDE

La difficulté principale de la technique est d'apporter suffisamment de charge pour qu'une quantité nécessaire de poudre se fixe sur le substrat mais sans que l'air ne s'ionise^[68], pour éviter des surépaisseurs sur les arêtes, des cages de Faraday, une mauvaise fixation de la poudre et l'apparition de lignes équipotentiels. Il faut également optimiser la projection selon la forme de l'objet en effectuant des réglages sur les déflecteurs ou les buses pneumatiques situés en sortie du pistolet^[1].

Pour le moment, le procédé de finition poudre permet d'obtenir des films d'épaisseur relativement importante en une seule couche. Mais obtenir des épaisseurs de film inférieures à 25 µm en utilisant des particules de poudre de diamètre compris entre 5 et 20 µm pose encore de nombreux problèmes^[68] qu'il faut résoudre.

V.1 Restrictions économiques

L'obstacle majeur à l'installation d'une chaîne de finition est le montant des investissements initiaux, qui sont effectivement assez conséquents. Ils s'élèvent entre 250 000 et 2 500 000 \$^[35].

De même, le prix des poudres réticulables sous UV est 4 à 5 fois plus élevé que celui des peintures classiques car le conditionnement est particulier^[33].

V.2 Restrictions dans les matériaux

Les panneaux de MDF sont compacts et homogènes. Ils ont un bon comportement vis-à-vis des finitions poudres^[29]. Ils ont été et sont toujours les substrats à base de bois privilégiés pour ce procédé de finition. Le bois massif est poreux, donc assez peu homogène, c'est pourquoi on rencontre souvent des difficultés à bien recouvrir ce matériau et à obtenir des aspects de surface satisfaisants.

La nature du produit de finition et du substrat oriente ce procédé essentiellement vers des meubles de bureau ou de cuisine, sachant que c'est surtout du MDF qui est traité ainsi.

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Seule une trentaine d'industriels dans le monde utilisent la technique de poudrage pour la finition de leurs produits, essentiellement du mobilier de bureau en MDF ^[29].

Les différences dimensionnelles dans l'épaisseur des pièces modifient la densité et la quantité d'humidité entre des parties défoncées et des parties d'épaisseur normale. Les parties les plus fines tendent à perdre leur humidité plus rapidement que les parties non usinées qui retiennent l'eau. Cela induit des différences de conductivité sur une même pièce et donc une variation de la quantité de poudre qui se fixe localement ^{[90], [91]}. Ce problème peut cependant être contourné en appliquant un primaire liquide (solution de sels aminés : 25% d'isobutanol et 75% de sels d'ammonium quaternaire, diluée dans 50% d'eau) dans les parties usinées pour augmenter leur conductivité.

Par ailleurs, la nature même du bois et des matériaux dérivés peut être à l'origine d'une inhibition de la polymérisation radicalaire de la résine. D'après plusieurs travaux, les substances extractibles (constituants phénoliques) du bois peuvent avoir une influence sur l'application et la tenue des finitions car elles retardent la cinétique de séchage par rayonnement UV du film ^{[92], [93]}. De ce fait, ces dernières ne sont plus applicables sur certaines essences exotiques chargées en substances extractibles. En outre, l'oxygène présent dans l'environnement peut inhiber la réticulation en oxydant les nombreuses espèces du milieu réactionnel (photoamorceur à l'état excité, radical amorceur ou chaîne polymère en croissance). Ainsi, l'oxygène réduit non seulement la vitesse de polymérisation, ce qui allonge le temps d'irradiation, mais peut conduire aussi à une perte partielle des propriétés (superficielles et optiques) des revêtements réticulés ^[27].

V.3 Restrictions de qualité

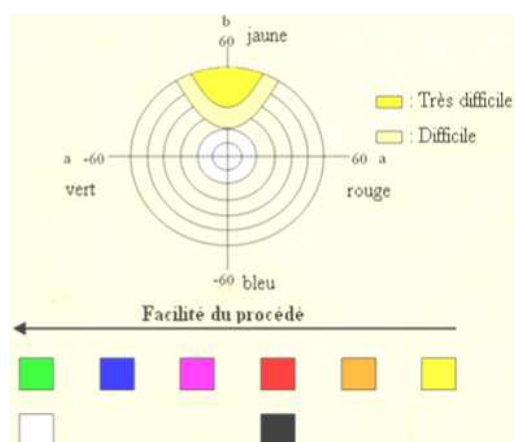


Figure 14: Difficulté à poudrer les couleurs claires ^[31]

Les prochains défis consistent en l'amélioration de l'application de peintures claires, du fait de leur faible pouvoir couvrant par rapport aux couleurs sombres^[14]. La Figure 14 résume la difficulté à poudrer certaines couleurs.

V.4 Restrictions de la cuisson UV

Malgré les avancées technologiques actuelles au niveau des tunnels à rayonnement UV, les ondes ne parviennent pas à puissance égale sur les zones profondes d'une pièce poudrée et la polymérisation de la finition n'est pas homogène en toute part^[32]. La forme des pièces est donc assez restreinte pour ce genre de durcissement et le procédé reste aujourd'hui encore peu approprié aux pièces à géométries complexes^[82].

De plus, l'application des couleurs claires (surtout le jaune et les gris)^[29] est encore plus problématique avec les poudres UV en raison de leur forte réflexion des rayons^[31].

En outre, le bois étant poreux, si la finition fondue a une viscosité trop faible, les molécules peuvent migrer en profondeur et ne pourront pas absorber les UV nécessaires pour réticuler complètement, d'où une qualité de surface de la finition non satisfaisante dans certains cas^[85].

Certaines des propriétés physiques et mécaniques des poudres UV comme la résistance à l'impact, la limite élastique en traction et la flexibilité sont moins élevées que celles des poudres à polymérisation thermique. Certaines de ces propriétés ont pu être améliorées en variant le type et la quantité du durcisseur dans le mélange, mais surtout en utilisant deux réseaux de polymères interpénétrants^[88].

Une autre étude a montré que des poudres UV à base de résines polyacrylates renforcées par des nanoparticules de silice ou d'alumine anhydre présentent de bien meilleures tenues à l'arrachement et à l'abrasion^[89] du fait d'une bonne cohésion interne de la finition.

V.5 Conclusions et améliorations à apporter

L'amélioration des couleurs, de l'adhérence des poudres au substrat, l'adaptation du procédé à un plus large panel de matériaux en bois et à base de bois et surtout la reproductibilité du procédé sont les principaux axes d'étude auxquels doivent être soumis les finitions poudres et le procédé complet de leur application^[14] pour s'ouvrir à beaucoup plus d'industries qu'actuellement (cf. Axe 1 du projet Poudrabois).

L'élargissement des capacités fonctionnelles des poudres serait également un atout supplémentaire pour leur promotion vis-à-vis de clients toujours plus demandeurs (cf. Axe 3 du projet Poudrabois).

Enfin, un des objectifs principaux est de proposer des poudres classiques qui puissent polymériser en partie ou en totalité sous lumière visible par des lampes au xénon ou mixtes xénon-mercure ^{[94], [95]} (Axe 2 du projet Poudrabois). Cette avancée technologique aurait des avantages indéniables. En effet, le procédé serait simplifié en termes d'énergie, puisque le spectre des longueurs d'onde est plus large, le faisceau est non agressif pour l'homme. Cependant, il faut développer de nouveaux systèmes photoamorceurs capables de générer des espèces actives pour ces longueurs d'onde et surtout vérifier que la qualité de la finition soit inchangée par rapport à une polymérisation IR ou UV.

VI. L'ELARGISSEMENT DES FONCTIONNALITES INNOVANTES DES FINITIONS POUDRES

VI.1 Les attentes de la clientèle et les exigences

Le développement de finitions poudres innovantes représentera un saut technologique important dans le domaine de la finition des matériaux en général et du matériau bois en particulier et contribuera au développement de produits à plus haute valeur ajoutée.

En ce qui concerne l'industrie du bois, le panel des différentes fonctions proposées dans le commerce actuellement est diversifié. D'après des sondages réalisés par des industriels (*DuPont, Powder Coating, Oberflex*), les principales fonctionnalités sont : la libération de parfum, l'activité désodorisante, le nettoyage facile, l'absorption des COV, la modification de la couleur en fonction de la température, l'ignifugation, la haute résistance thermique, la préservation biocide, l'action anti-bactérienne ou bactériostatique, la durabilité prolongée, la haute conductivité électrique (résistivité inférieure à $10^4 \Omega$), la forte isolation électrique (résistivité supérieure à $10^{13} \Omega$), la résistance chimique particulière à certaines substances, l'anti dégazage (pour des supports difficiles à traiter), la flexibilité (film post-formable), ...

VI.2 Les avancées technologiques sur la fonctionnalisation des revêtements et des polymères

Ces techniques ont déjà été étudiées, notamment dans le domaine des revêtements hautes performances, et font déjà l'objet de brevets déposés (consultation sur l'office européen des brevets : esp@cenet), décrivant des compositions de finition qui apportent à la surface protégée des propriétés esthétiques ou fonctionnelles mais, très peu de ces

compositions sont destinées à une application sur du bois ou sur un matériau à base de bois. Par ailleurs, peu font également l'objet du procédé de finition sec. Aussi, nous pouvons nous demander si les méthodes décrites pour des systèmes en solution peuvent être adaptées à notre procédé. Le principal enjeu étant que les additifs puissent résister à l'application électrostatique de la poudre, à sa cuisson, voire être encapsulés.

En fonction des propriétés recherchées, les innovations portent principalement sur l'ajout d'additifs sous différentes formes. Par exemple :

- L'ajout d'ions argent encapsulés dans une céramique soluble dans une peinture en poudre confère à la surface recouverte des propriétés antibactériennes durables ^[96]. En 1985, une peinture est brevetée pour la protection des bois ^[97]. Elle est constituée d'un mélange de biocides organiques solubles dans un solvant organique peu volatil, d'une résine alkyde siccatrice moyenne ou longue en huile, d'un émulsionnant ou adjuvant d'émulsification, d'un siccatif et/ou pigment ou colorant, ainsi que de l'eau.

- La modification chimique de résines acrylates époxy à polymérisation UV, par des monomères phosphorés augmente leur résistance à l'inflammation ^{[98], [99]}, les propriétés de la résine face à la thermo-oxydation, surtout à haute température (au dessus de 400°C) ^{[100], [101]} mais également la dureté du feuillet. Un brevet a été déposé pour une technique d'ajout de polyphosphate d'ammonium dans une résine à base de polymères siliconés ^[102]. Ce type de technique permet en outre de substituer dans les formulations les produits halogénés qui dégagent des fumées et des produits toxiques lors de la combustion de la matière. L'ajout d'argile en petite quantité (1-5 % de poids total) à des poudres à base de polymères thermoplastiques comme des polyoléfines, des polyuréthanes, des polyimides et du nylon peut améliorer leur stabilité thermique, leur résistance chimique ainsi que les propriétés rhéologiques, mécaniques et physiques ^[103]. Des nano-particules de silice (SiO₂) bien distribuées dans un composite en acrylique peuvent modifier son comportement à l'antioxydation à haute température et améliorer ses propriétés de protection contre l'incendie par rapport à des revêtements à base d'acryliques conventionnelles ^[104].

- Une autre invention présentée en 2001, puis en 2002 concerne un système de délivrance d'additifs, qui sont incorporés dans une variété de produits de consommation, y compris des détergents et des compositions nettoyantes, des désodorisants de pièce, des insecticides, des nettoyeurs de tapis et des désodorisants. L'utilisation de zéolites pour protéger l'additif a également été évoquée pour le domaine de la blanchisserie ^{[105], [106]} mais elle pourrait être envisagée pour une application sur finition poudre dans des conditions peu

humides. De même, l'incorporation de microcapsules renfermant un produit actif et dégagant une odeur parfumée, ou un bactéricide ou un fongicide lorsqu'elles sont brisées a fait l'objet de plusieurs brevets ^{[107], [108]}.

- Les matières absorbantes de COV appropriées incluent des charbons actifs, des argiles (par exemple, organobentonites), des zéolites, des gels de silice. Ces particules ont été appliquées sur des non-tissés composites en proportions variées ^[109].

VII. LES METHODES DE CARACTERISATION DES PROPRIETES DES FINITIONS A TRAVERS DES ESSAIS NORMALISES

Les caractéristiques physiques, mécaniques et chimiques des finitions sont des propriétés qui semblent secondaires par rapport aux propriétés d'aspect qui jouent un rôle essentiel pour la décoration. Cependant, elles sont extrêmement importantes pour assurer la durabilité des produits dans le temps face aux agressions auxquelles ils sont soumis.

Les produits ayant subi une étape ultime de finition doivent répondre aux prescriptions techniques NF approuvées par l'AFNOR Certification (Agence Française de Normalisation).

Dans le cas des finitions intérieures et donc pour l'ameublement, les produits destinés à des espaces recevant du public doivent répondre aux prescriptions des marques NF Mobilier Professionnels de la façon suivante (cf. Tableau 4) pour attester de leur qualité.

	Support	Prescription technique
Mobilier de collectivités	Stratifiés, PPSM, décors divers	24 NFc. 01, version 5
MQ CERT 08-377 (approuvée le 22/01/2009)	Laques et vernis pour bois	25 NFc. 01, version 6
Mobilier de crèches	Stratifiés, PPSM, décors divers	08 NFh. 007, version 2
MQ CERT 08-378 (approuvée le 22/01/2009)	Laques et vernis pour bois	08 NFh. 007, version 1
Mobilier d'éducation	Stratifiés, PPSM, décors divers	17 NFe. 01, version 6
MQ CERT 08-379 (approuvée le 22/01/2009)	Laques et vernis pour bois	18 NFe. 01, version 6
Mobilier de santé	Stratifiés, PPSM, décors divers	20 NFs. 01, version 7
MQ CERT 08-380 (approuvée le 21/01/2009)	Laques et vernis pour bois	20 NFs. 01, version 6

Tableau 4: Les prescriptions techniques de la marque NF Mobilier Professionnel

Selon l'usage final du produit et sa destination, la finition doit subir différents essais (déterminés dans les fiches essais de finitions des normes d'ameublement), dont les exigences concernant les résultats sont déterminées dans ces prescriptions techniques.

Les essais effectués sur les éprouvettes pour déterminer l'aspect, la résistance physique, chimique et mécanique de la finition sont répertoriés dans le Tableau 5.

Essai	Conditions d'essai	Norme-Evaluation
F1	Aspect	Brillance
F2	Luminance lumineuse	Niveau de couleurs
F3	Epaisseur du feuil	ISO 2808/méthode 5
F4	Stabilité des teintes	Tenue à lumière
F5	Chocs thermiques	20 cycles : 1h à -20°C et 1h à 50°C
F6	Chaleur sèche	Etuve ventilée à 70°C
F7	Chaleur humide	Eau bouillante à 100°C
F8	Chaleur superficielle	Casserole à 180°C
F12	Cigarette	3 cigarettes de tabac blond
F13	Produits alimentaires froids	Acide citrique 10%, huile d'arachide, vin rouge, cassis pur, soda type <i>Coca</i>
F13	Produits domestiques et ménagers	Encre de stylo bille noire, feutre indélébile noir, vernis à ongles
F13	Produits pharmaceutiques	Eau de javel 9,6°, détergent type « Vigor » 5%
F14	Produits alimentaires chauds	Eosine diluée 2%
F16	Choc	Café 40g/L à 80°C, thé 10g/L à 80°C
F18	Abrasion	5 chutes d'une bille de 110g sur 3 éprouvettes
F19	Rayure	5 chutes d'une bille de 500g sur 3 éprouvettes
F20	Adhérence	Usure finale, moyenne
		Trace de rayure continue
		Quadrillage par incision et arrachement avec adhésif

Tableau 5: Les essais normés effectués pour caractériser les finitions

Les exigences de ces marques seront des points de repères et de comparaison pour notre étude car l'entreprise *Ecofia* crée des produits destinés aux collectivités, aux établissements tels que des crèches et des écoles. Les valeurs à atteindre sont disponibles dans l'Annexe A.

De façon générale, les industriels souhaitent diversifier leur production en l'orientant vers d'autres produits comme ceux destinés aux cuisines (placards ou plans de travail). La finition poudre est en effet capable d'apporter une dureté et une résistance à la rayure du revêtement, intéressantes pour ce type d'application.

Les exigences des finitions requises pour ce genre de produits sont basées sur la marque de certification MQ-CERT 08-360, qui informe des prescriptions techniques de la *NF Ameublement- Application Cuisine et Salle de Bains* (cf. Annexe A).

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Pour les produits destinés à un usage extérieur, il est nécessaire d'étudier en particulier sa résistance à l'eau et aux UV. Différents tests de vieillissement peuvent être réalisés afin d'appréhender le comportement de la finition face à ces agressions climatiques.

Le récapitulatif des différents essais de vieillissement et de résistance à l'eau liquide associés aux critères de qualité est donné dans le Tableau 6.

Critère de qualité	Norme de référence	Etat de l'éprouvette					
		Initial	Vieillessement naturel (NF EN 927-3)	Vieillessement artificiel (NF T 30-049)	Vieillessement artificiel / s UV et eau (NF EN 927-6)	Vieillessement accéléré (D62-060)	Infiltration d'eau (XPD 60-050)
Epaisseur du feuil sec	NF EN ISO 2808	x					
Brillance	NF EN 13722	x	x	x	x	x	
Modification de couleur	NF EN ISO 3668 et NF EN	x	x	x	x	x	
Adhérence	NF EN ISO 2409	x	x	x	x	x	
Apparition de cloquage	NF EN ISO 4628-2	x	x	x	x	x	x
Apparition de craquelage	NF EN ISO 4628-4	x	x	x	x	x	x
Apparition d'écaillage	NF EN ISO 4628-5	x	x	x	x	x	x
Apparition de farinage	NF EN ISO 4628-6		x	x	x	x	

Tableau 6: Les essais de vieillissement associés aux critères de qualité caractérisés

Les principaux critères de qualité se basent sur l'apparition de défauts de l'aspect de surface de la finition tels qu'une modification de couleur, et l'apparition de cloquage, de craquelage, d'écaillage et de farinage, qui sont des amorces à une dégradation supplémentaire par les micro-organismes ou par l'infiltration d'eau.

Cet état de l'art nous a alors permis d'envisager les expérimentations qui ont fait l'objet des prochains chapitres constituant le manuscrit.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] MEEDA (Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement durable et de l'Aménagement du territoire) : <http://www.ecologie.gouv.fr/-Sante-et-environnement-.html>
- [2] CITEPA (Centre Interprofessionnel Technique d'Etudes de la Pollution Atmosphérique), 2000 : <http://www.citepa.org/>
- [3] ADEME: <http://www.ademe.fr/entreprises/polluants>
- [4] Teixeira J. Peinture automobile- Les évolutions ; Les dossiers techniques, ANFA (Association Nationale pour la formation automobile), édition 2003
- [5] Guérin M., Begin D., Goupil J., Garneau R. et Sacks S., Substitution des solvants en milieu de travail, Département de médecine du travail et d'hygiène du milieu, Université de Montréal (mai 1995)
- [6] Anonyme, ACFCI (Assemblée des Chambres Française de Commerce et d'Industrie), REACH en 10 minutes (2008)
- [7] Jequel M. Impact de la directive Biocide sur les colles et finitions. Brèves du CTBA n°9-Collage Finition (2005)
- [8] Werner F., Nebel B. Wood and Others Renewable Resources. *International Journal of Life Cycle Assessment* 12 (7) (2007) 462-463
- [9] Anonyme CTBA, Ameublement et produits de finition, Editions CTBA (2006) 167 pages
- [10] Sauerbrey G. Les peintures poudres. Matériaux non conducteurs, Les peintures poudres appliquées sur bois, SAMES (1991)
- [11] Perrin R., Scharff J-P, Chimie Industrielle 2^{ème} édition, préface de P. Fillet, Edition Dunod (2002), Collection Sciences Sup., 1248 p.
- [12] Site internet de la FIPEC (Fédération des industries des peintures, encres, couleurs, colles et adhésifs) : http://www.fipec.org/hm/fr/marches/les_peintures/
- [13] Dören K., Freitag W. Peinture en phase aqueuse, une nouvelle approche des revêtements favorables à l'environnement (traduit et adapté de l'allemand par Gruninger J-C. et al). Librairie de traitement de surface (1996)
- [14] Roux M-L. Ameublement, Les avancées des technologies poudres, CTBA Info n°96 (Aout/Septembre 2002) 14-18
- [15] Kreeger K. Nordson Corp. A Lean, Mean Powder Coating Machine (2007) 43-45
- [16] Gustafsson, L.M., Borjesson, P. Life cycle assessment in green chemistry: A comparison of various industrial wood surface coatings. *International Journal of Life Cycle Assessment* 12 (3) (2007) 159
- [17] Maetens, D. Advanced UV powder coatings. *Finishing Today* 82 (10) (2006) 26-29
- [18] Papisavva, S., Kia, S., Claya, J., Gunther, R. Characterization of automotive paints: An environmental impact analysis. *Progress in Organic Coatings* 43 (2001) 193-206
- [19] INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité). Cabines d'application par projection de peintures en poudre. N° 9.2 : Guide pratique de ventilation. Edition INRS ED 928 (Août 2004)
- [20] Biller, K. True recycling of scrap paint and powder. *Finishing Today* 82 (12) (2006) 25-27
- [21] Abhyankar AC., Edmonds R. et Eastal AJ., Use of waste powder coatings as binders for the manufacture of composite materials. *WIT transaction on Ecology and the Environment* 106 (2006) 493-502
- [22] Lebreton R., INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité), Peintures en poudre, composition, risques toxicologiques, mesures de prévention. Aide-mémoire technique, Edition INRS ED 956, 1^{ère} édition (2005)
- [23] Golden R. Wood Coating Safety and Handling. Radtech Report (Juillet/Août 2004) 38-44

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- [24]Gang L., Chunmiao Y., Boazhi C., Fire & Explosion Protection laboratory, Northeastern University, Shenyang, Chine, Explosion risk evaluation during production of coating powder. *Journal of Hazardous Materials* 149 (2007) 515-517
- [25]Misev T. A., van der Linde R. Powder coatings technology: new developments at the turn of the century. *Progress in Organic Coatings* 34 (1998) 160-168
- [26]Kieffer R., DuPont Powder Coatings France SAS. Les peintures en Poudre réticulant sous UV, Euroforum-Paris (18 et 19 mars 2003) 25 pages
- [27]Irmouli Y. Etude de systèmes de finitions pour bois: application de nouvelles formulations, vieillissement et amélioration des performances. Thèse SBF, UHP Nancy I (2007) 167 pages
- [28]Prendi L., Henshaw P., Tam E K.L. Automotive coatings with improved environmental performance. *International Journal of Environmental Studies* 63 (4) (2006) 463-471
- [29]Anonyme Coatings World. Overview of powder coatings market. *Focus on Powder Coating*, vol 2007, 10 (2007)
- [30]Coatings World : <http://www.coatingsworld.com>
- [31]Buyse K., UV-ULB coating process Congrès “Powder coatings on heat sensitive substrates”, Hollande (17 nov. 2005), Hollande
- [32]Lihra T. La finition en poudre du bois, Forintek Canada Corp., La valeur au Bois, Profil Technologique TP-04-02E (mars 2004)
- [33]Mitchell S. UV Powder on Wood: the First North American Installations. Fusion System Inc., PCE 2002, Nuremberg (15-17 janvier 2002)
- [34]André O., Buysens K. Powder coatings: the ultimate solution for wood coatings? *Surface Coatings International*, part A, 8 (2004) 347-351
- [35]Drummond C-K, Mihalic S., Guskov S. (Nordson Corporation). Powder Coatings on Wood: A North American Market Perspective. Congress Paper, PCE Powder Coating, Europe (2000) 125-138
- [36]Kaptijn W. H., Bayards R. A., DSM N. V. Powder coated porous substrate and a method for powder coating a porous substrate (novembre 2002)
- [37]Révillon A., Lacaze P-C. Manuel de peintures et vernis- Des concepts à l’application- I : Constituants des peintures et vernis, Edition Hermann, Paris (2005)
- [38]Brindoepeke G., Fink D. Brevet n°: EP0585742: Binder for powder coatings – Hoecht (1994)
- [39]Moens L., Loutz J-M. Brevet n°: EP739922: Powder compositions from crystalline polyesters containing methacrylyl endgroups – UCB (1996)
- [40]Moens L., Loutz J-M. Brevet n°: WO9818862. Powder compositions with crystalline polyesters and acrylic amorphous polyester base containing terminal methacryloyl groups – UCB (1998)
- [41]Moens L., Loutz J-M. Brevet n°: WO9818874: Powder compositions with semi-crystalline polyester and acrylic copolymers containing ethylenically unsaturated groups – UCB (2001)
- [42]Moens L., Loutz J-M. Brevet n°: US6384102: Powder Compositions with semi-crystalline polyester and acrylic copolymer base containing ethylenically unsaturated groups – UCB (2002)
- [43]Twigt F., Van der Linde R. Brevet n°: EP0636669 : Radiation curable binder composition for powder paint formulations – DSM (1995)
- [44]Kahraman M-V., Kayaman-Apohan N., Arsu N., Güngör A. Flame retardance of epoxy acrylate resin modified with phosphorus containing compounds. *Progress in Organic Coatings* 51 (2004) 213-219
- [45]Chiang et Chang. Polymer blends of polyamide-6 and poly(phenylene oxide) compatibilized by styrene-co-glycidyl methacrylate. *Journal of Applied Polymer Science* 61 (13) (1996) 2411-2421
- [46]Athawale V.D., Kulkarni M.A. Preparation and properties of urethane/acrylate composite by emulsion polymerisation technique. *Progress in Organic Coatings* 65 (2009) 392-400
- [47]Jehle N., Losert E. Brevet n°: EP0286594: Process for the production of photographically structurable coatings – Vantico (1998)

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- [48] Finter J., Gottis P-G. Brevet n°: EP0667381 : Ultraviolet curable solid epoxy resin compositions – Ciber Geigy (1995)
- [49] Bajpai M., Shukla V., Habib F. Development of a heat resistant UV-curable epoxy coating. *Progress in Organic Coatings* 53 (2005) 239-245
- [50] Chattopadhyay D.K., Sankar Panda S., Raju K.V.S.N. Thermal and mechanical properties of epoxy acrylate/methacrylates UV cured coatings. *Progress in Organic Coatings* 54 (2005) 10-19
- [51] Idriss Ali K.M., Khan M.A., Rahman M., Ghani M. Ultraviolet curing of epoxy coating on wood surface, *Journal of Applied Polymer Science* 66 (10) (1997) 1997-2004
- [52] Choudhary V., Agarwal N., Varma I.K. Evaluation of bisacrylate terminated epoxy resins as coatings. *Progress in Organic Coatings* 57 (2006) 223-228
- [53] Bayramoğlu G., Kahraman M.V., Kayaman-Apohan N., Güngör A. Synthesis and characterization of UV-curable dual hybrid oligomers based on epoxy acrylate containing pendant alkoxy silane groups. *Progress in Organic Coatings* 57 (2006) 50-55
- [54] Riegel B., Plittersdorf S., Kiefer W., Hofacker S., Müller M., Schottner G. Kinetic investigations of hydrolysis and condensation of the glycidoxypropyltrimethoxysilane-aminopropyltriethoxy-silane system by means of FT-Raman spectroscopy I. *Journal of Non-Crystalline Solids* 226 (1998) 76-84
- [55] Innocenzi P., Brusatin G., Guglielmi M., Signorini R., Bozio R., Maggini M. 3-(Glycidoxypropyl)-trimethoxysilane-TiO₂ hybrid organic-inorganic materials for optical limiting. *Journal of Non-Crystalline Solids* 265 (1-2) 2 (2000) 68-74
- [56] Kahraman M.V., Kuğu M., Menceloğlu Y., Kayaman-Apohan N., Güngör A. The novel use of organo alkoxy silane for the synthesis of organic-inorganic hybrid coatings. *Journal of Non-Crystalline Solids* 352 (2006) 2143-2151
- [57] Chiang C-L., Ma C-C M. Synthesis, characterization and thermal properties of novel epoxy containing silicon and phosphorus nanocomposites by sol-gel method. *European Polymer Journal* 38 (2002) 2219-2224
- [58] Karataş S., Kızılkaya C., Kayaman-Apohan N., Güngör A. Preparation and characterization of sol-gel derived UV-curable organo-silica-titania hybrid coatings. *Progress in Organic Coatings* 60 (2007) 140-147
- [59] De Luca M.A., Martinelli M. et Barbieri C.C.T. Hybrid films synthesised from epoxidised castor oil, γ -glycidoxypropyltrimethoxysilane and tetraethoxysilane. *Progress in Organic Coatings* 65 (2009) 375-380
- [60] Maetens D. (UCB). Optimal Performance of UV Powders on Different Substrates by combining Polyester and Epoxy Chemistry, Proceedings RadTech Europe, Vol 1 (2003) 65-70
- [61] Wu B., Padaki S., Maetens D. Effect of Acid Groups in Hydroxyl Functional resins on the Properties of Polyester-Urethane Powder Coatings. *Journal of Coatings Technology* 72 (2000)
- [62] Groen J.H., Bayards R.A., Kaptijn W.H. (DMS Coating Resins). *Applications Properties of UV Curable Powder Coatings*, Conference proceedings, RadTech Europe, Berlin, Germany (novembre 2003)
- [63] Udding-Louwrier S., Sjoerd de Jong E., Baijards R-A., DMS Resins bv. Characteristics and Performance of Radiation Curable Coatings (mai 2000)
- [64] Anonyme Oxyplast. UV-ULB Coating Process Congrès “Powder coatings on heat sensitive substrates”, Congress Informations. Hollande (17 nov. 2005)
- [65] Souris Y., Buysens K., UCB Chemicals. New UV Powder Systems for Metal, Wood, and PVC, PCE 2002, Nuremberg (15-17 janvier 2002)
- [66] Müller B., Poth U. Formulation des peintures et vernis. Eurocol Editions, Offranville, Rouen (2004)
- [67] Bailey A.G. The science and technology of electrostatic powder spraying, transport and coating. *Journal of Electrostatics* 45 (1998) 85-120
- [68] Mazumder M.K., Sims R.A., Biris A.S., Srirama P.K., Saini D., Yurteri C.U., Trigwell S., De S., Sharma R. Twenty-first century research needs in electrostatic processes applied to industry and medicine. *Chemical Engineering Science* 61 (2006) 2192-2211.
- [69] Kups S. Manuel de technologie des peintures et vernis. Eurocol-Editions, Ofra nville (2002)
- [70] http://www.cetim.fr/ressources/simples/277GuidePeintures_extraits.pdf

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- [71] Thomas A., Saleh K., Guigon P., Czechowski C. Tribocharging behaviour of automotive powder coatings. Electrostatics 2007 IOP Publishing. *Journal of Physics: Conference Series 142* (2008) 012031
- [72] Steenhoudt P. (CSTC), De Deurwaerder H. (CoRI), Piérard J. (CSTC). Valorisation des déchets de peintures poudre dans les bétons colorés (24 octobre 2006): <http://www.recywall.be/francais/conference/peinture%20dans%20beton.pdf>
- [73] Anonyme, Twenty-first Century Research Needs in Electrostatic Processes Applied to Industry and Medicine", Eleventh and Twelfth Nisshin Engineering Particle Technology International Symposium. *Chemical Engineering Science*, 61 (7) (2006) 2192-2211
- [74] Fontanille M., Gnanou Y. Chimie et physico-chimie des polymères (2^{ème} et 3^{ème} cycle, écoles d'ingénieurs), éditions Dunod, Paris (2005) 586 pages
- [75] Chapman, M. Infrared heating for heat sensitive substrates. Congrès "Powder coatings on heat sensitive substrates", Hollande (17 oct 2005)
- [76] R. A. Bayards, H. Groen, F. Koldijk, D. Beukers. Enlarging the curing window of powder coatings. DSM Coating Resins, P.O. Box 615, 8000 AP Zwolle, The Netherlands (2005)
- [77] Zune C., Buysens K. New Resins for UV curable Powder Coatings: Wood applications. *European Coatings Journal* 5 (2000) 8-30
- [78] Slavinsky T. Solving the "Mystery" of UV Curing, Technology advances lead to better, faster, cheaper application of industrial coatings, Prime Coatings, Pewaukee, Wis, UV-Curable Coating (2006)
- [79] <http://www.who.int/uv/fr/>
- [80] UV Industrie, matériels et accessoires pour la polymérisation UV. <http://www.uv-industrie.com/achat/moyenne-pressure-11.html>
- [81] Heathcote J. (Nordson Corporation's UV Group). UV-Powder Coating Process for MDF: the basis from start to finish. *Radtech Report* (2001) 10-14
- [82] Romer J., Wagner J, Wagner GmbH. Coating MDF Furniture with Powder : The First Industrial Series Production, PCE 2002, Nuremberg (15-17 janvier 2002)
- [83] Holliday M. New Advances in High Speed Curing for Powder Coatings. Symposium organized by the Yorkshire branch of the Institute of Corrosion in Sheffield, 4 Jun 2003. *Focus on Powder Coating*, vol 2003 (10) (2003)
- [84] Decker O. et Bailey F. Brevet n°: WO02100957: Low Gloss Free Radical Powder Coatings – DuPont (2002)
- [85] Van Iseghem L-C. Wood Finishing with UV-Curable Coatings, Radtech Report (mai-juin 2006) 32-38
- [86] Anonyme DV/UV Inc (Cleveland, Ohio, USA), A brighter future for UV cured Powder coatings. *Focus on powder Coating*, vol 2006 (5 mai 2006)
- [87] Buysens K. UV-Curable Powder: Benefits and Performance. *Paint & Coatings Industry* (2001) 60-66
- [88] Bastani S., Moradian S. UV-curable powder coatings containing interpenetrating polymer networks (IPNs). *Progress in Organic Coatings* 56 (2008) 248-251
- [89] Bauer F., Flyunt R., Czihal K., Langguth H., Mehnert R., Schubert R., Buchmeiser M.R. UV curing and matting of acrylate coatings reinforced by nano-silica and micro-corundum particles. *Progress in Organic Coatings* 60 (2007) 121-126
- [90] Horinka P. (Morton Powder Coatings). Finishing Medium Density Fiberboard with Powder Coatings. *Paint & Coatings Industry* (février 2002)
- [91] Binder J. (Nordson Corp.). Powder on MDF, a process analysis. *Paint and Powder* (septembre 2004) 16-21
- [92] Podgorski L., Merlin A., Système bois-finitions extérieures: Vieillissement, comportement, Chapitre 8 dans "Mécanique et ingénierie des matériaux: Durabilité des bois", Ed. *Hermes science* Paris (2001),
- [93] Merlin A., Sylla M., Yin S., Allonas X., Dossot M., Fouassier J.P., Role of phenolic extractives of wood in the photopolymerization of an acrylic resin: a brake to the utilization of UV-curable finishes for wood products?, *Entropie*, N°235/236, (2001) 84-89

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

- [94]Mauguière-Guyonnet, F. Photopolymérisation radicalaire sous lumière visible: Application aux revêtements pour bois. Thèse de doctorat de l'Université de Haute-Alsace (2004)
- [95]Mauguière-Guyonnet F., Burget D., Fouassier J-P. Photopolymerization of wood coatings under visible lights. *Progress in Organic Coatings* 57 (2006) 23-32
- [96]Lapeyre A., Gancet C. Brevet n° FR2863271 : Poudre à base de polyamide et son utilisation pour obtenir un revêtement antibactérien – Arkéma (2005)
- [97]Goletz P., Hiller J.C. Brevet n°: DE3414244 : Coating compositions for the preservation of wood, preferably paints for the preservation of wood - Desowag Bayer Holzschutz GmbH (1985)
- [98]Kahraman M.V., Kayaman-Apohan N., Arsu N., Güngör A. Flame retardance of epoxy acrylate resin modified with phosphorus containing compounds. *Progress in Organic Coatings* 51 (2004) 213-219
- [99]Karataş S., Hoşgör Z., Kayaman-Apohan N., Güngör A. Preparation and characterization of phosphine oxide containing organosilica hybrid coatings by polymerization and sel-gel process. *Progress in Organic Coatings* 65 (2009) 49-55
- [100] Kilgour J.A., Cua E.C. Brevet n°: KR20050085005: Star-branched silicone polymers as anti-mist additives for coating applications - Gen Electric (2005)
- [101] Wu C.S, Liu Y.L., Chiu Y.S. Epoxy resins possessing flame retardant elements from silicon incorporated epoxy compounds cured with phosphorus or nitrogen containing curing agents. *Polymer* 43 (2002) 4277-4284
- [102] Matsumura K., Yamamoto A., Ihara T. Brevet n°: US2006192186: Flame retardant additives, emulsion type coating compositions, and flame retardant compositions – Shinetsu Chemical Co (2006)
- [103] Landry V., Riedl B. et Blanchet P. Nanoclay dispersion effects on UV coatings curing. *Progress in Organic Coatings* 62 (2008) 400-408
- [104] Zhenyu Wang, Enhou Han, Wei Ke. Effect of acrylic polymer and nanocomposite with nano-SiO₂ on thermal degradation and fire resistance of APPeDPEReMEL coating. *Polymer Degradation and Stability* 91 (2006) 1937-1947
- [105] Marin E.M., Velasquez M.J.M. Brevet n : WO0140430: Delivery system having encapsulated porous carrier loaded with additives particularly detergent additives such as perfumes – Procter & Gamble (2001)
- [106] Odhavji D.J., Velasquez M.J.M. Brevet n : WO02064725: Delivery system having encapsulated porous carrier loaded with additives – Procter & Gamble (2002)
- [107] Grillon J-P. Brevet n°: FR2803605 : Method of producing large size fabric articles such as curtains, which are coated with a polyurethane layer containing microcapsules of perfume – Bel Air Inc. (1998)
- [108] Charbonneau J.W. Brevet n°CA2116342: Fragrance sample with protective treatment – Minnesota Mining & MFG (1993)
- [109] Wilfong D.E., Xiao W., Thompson G.J., Sturm R.C. Brevet n°: WO2008085322: VOC-ansorbing nonwoven composites – Milliken & CO (2008)

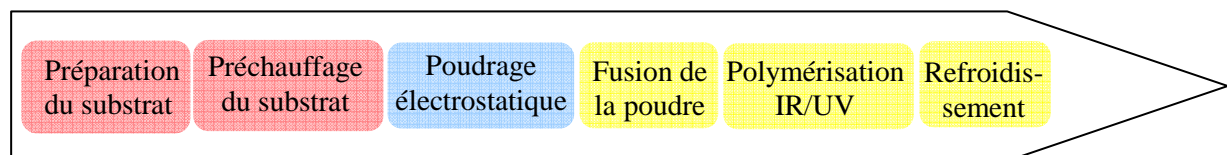
CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDÉ

I. INTRODUCTION	38
II. ANALYSE PRELIMINAIRE POUR LA COMPREHENSION DU PROCÉDE	42
II.1. Recensement des paramètres à étudier.....	42
II.2. Raisonnement face à la complexité du problème	43
III. MATERIEL, METHODES ET METHODOLOGIES.....	44
III.1. Procédés et matériaux.....	44
III.1.1. Les lignes de finitions.....	44
III.1.2. Les différentes poudres mises en oeuvre pour l'étude du procédé	47
III.1.3. Les substrats mis en oeuvre pour les essais.....	49
III.2. Méthodologie d'optimisation du procédé.....	50
III.2.1. Les paramètres de l'étude du procédé.....	50
III.2.2. Les plans d'expériences et la méthode Taguchi	55
III.3. Techniques de caractérisation des finitions	60
III.3.1. Evaluation de la quantité de poudre fixée sur la pièce.....	60
III.3.2. Evaluation du taux de conversion par Spectroscopie InfraRouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	62
III.3.3. Evaluation de la rugosité de surface	63
IV. RESULTATS ET DISCUSSION	64
IV.1. Etude du poudrage	64
IV.1.1. Répartition des essais selon le poudrage.....	65
IV.1.2. Influence des paramètres de poudrage sur le grammage de poudre	65
IV.1.3. Vérification de la pertinence des résultats par maximisation du grammage de poudre	67
IV.1.4. Optimisation des facteurs de poudrage et adaptation à différents substrats	68
IV.1.5. Vérification des paramètres de poudrage optimaux sur d'autres poudres	72
IV.1.6. Influence de l'accrochage des pièces	75
IV.2. Influence du substrat	75
IV.2.1. Etude du poudrage de bois massifs (CrittBois)	75
IV.2.2. Influence des polyphénols sur la qualité de cuisson de poudres UV (CrittBois)	80
IV.2.3. Influence des facteurs liés au substrat sur la qualité de finition (Ecofia).....	81
IV.2.4. Préconisation des valeurs optimales des facteurs liés au substrat	88
IV.2.5. Optimisation finale des paramètres du substrat	93
IV.3. Etude de la cuisson.....	95
IV.3.1. Cuisson d'une poudre IR dans le domaine industriel.....	95
IV.3.2. Cuisson d'une poudre IR+UV dans le domaine industriel	103
IV.3.3. Application des paramètres de cuisson optimaux à d'autres poudres	110
V. CONCLUSION	113
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	119

I. INTRODUCTION

Le développement de produits polymérisant à basse température (autour de 140°C) ou par rayonnement UV a rendu possible l'application d'une finition poudre sur certains supports sensibles à la chaleur tels que le bois et certains matériaux dérivés du bois. De très bons résultats sont notamment obtenus sur les panneaux de fibres (MDF). Cependant, la méconnaissance de certains phénomènes mis en jeu ne permet pas d'étendre cette technologie à tous les supports à base de bois. Aussi, l'optimisation du procédé, par la maîtrise de la préparation du substrat (conductivité électrique, état de surface, taux d'humidité, etc.), du processus d'application de la poudre (gestion des paramètres du poudrage électrostatique) et de sa « cuisson » (contrôle des paramètres de la fusion par rayonnement infrarouge et de la polymérisation IR ou UV) est un enjeu crucial pour le développement et la promotion d'une telle technologie dans l'industrie du bois.

Au cours de cette première partie du projet, les étapes de préparation du substrat, d'application de la poudre et de cuisson ont été étudiées.



La démarche expérimentale suivie pour la réalisation des différentes étapes de cette partie du projet est la suivante :

- d'abord, une analyse du procédé et quelques essais préliminaires d'application sont réalisés pour recenser les facteurs pouvant avoir une incidence sur la qualité de la finition.

- afin de mettre en évidence et quantifier l'influence de ces paramètres, des plans d'expériences sont ensuite établis selon la méthode Taguchi. Cela permet une réduction significative du nombre d'essais en utilisant des tables d'expérimentation orthogonales, tout en conservant une bonne précision, même si le nombre de facteurs à considérer est élevé.

- par la suite, des essais d'application sont réalisés sur les deux installations suivantes : une ligne pilote à application manuelle horizontale installée sur le site du *Critt Bois* et une ligne industrielle à application verticale automatisée installée sur le site de la société *Ecofia*.

- à la fin des essais d'application et de caractérisation, les effets des facteurs suivant leurs niveaux et les interactions entre facteurs sont déterminés, l'objectif étant d'identifier les facteurs à modifier en priorité pour optimiser le procédé global avec comme critère principal la qualité du film de finition.

• Le poudrage :

L'étude du poudrage est réalisée principalement sur le matériel de la ligne *Ecofia*. L'étude du poudrage en premier lieu est importante car elle permet de déterminer une ou plusieurs manières d'obtenir une quantité de poudre suffisante pour que l'épaisseur finale du feuil soit compatible avec des applications en ameublement.

Effectuer tout d'abord une série d'essais en fixant un type de poudre et un nombre de substrats limités nous permet de connaître les paramètres de poudrage qui ont le plus d'influence sur le grammage de poudre. Ensuite, en faisant varier d'une part les substrats, puis d'autre part les poudres, il est possible d'appréhender la complexité de cette étape du procédé.

Une étude faisant intervenir d'autres paramètres a également été réalisée sur la ligne de poudrage du *CrittBois* afin de savoir comment obtenir un bon grammage de poudre avec cette installation et de mettre en évidence l'impact de nouveaux facteurs de poudrage.

• L'influence du substrat :

L'un des objectifs du poudrage du bois ou des matériaux à base de bois est d'étendre la technologie à d'autres supports que le MDF tout en améliorant la fiabilité des systèmes sur les panneaux de fibres. Il n'est actuellement pas aisé de poudrer des bois massifs de façon industrielle. Des progrès ont été faits sur du contreplaqué de hêtre, mais les lignes industrielles ne produisent actuellement que des composants de meubles en MDF poudrés^[110].

Néanmoins ces travaux ont permis de révéler des paramètres déterminants pour réaliser et fiabiliser un poudrage de qualité sur des supports MDF :

- la nature de l'essence (bois de feuillu ou de résineux), la taille des fibres du panneau, le type de colle, la densité et le profil de densité en épaisseur du panneau,
- l'humidité du panneau, la conductivité de surface, la qualité des faces et des chants,
- le stockage et le conditionnement.

Il est clair que la conductivité est modifiée en fonction de la nature des substrats car elle dépend de leur densité, de leur porosité, de la nature et de la quantité de colle contenue dans les panneaux, des additifs ajoutés, de la taille des particules de bois, de la présence éventuelle de tanins en grande quantité, etc. Pour le poudrage, la structure du substrat doit être homogène, ce qui n'est pas vraiment le cas pour le bois massif. Pour un même substrat, les variations de densité conduit à des taux de cuisson des poudres différents. Ainsi, sur des zones de densité plus élevées, la température atteinte est plus faible (inertie thermique plus importante) donc la polymérisation de la poudre ne sera que partielle (problèmes de sous-cuisson), alors que dans des zones de plus faible densité, la température du substrat aura largement atteint voire dépassé

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

la température de polymérisation (problèmes de sur-cuisson avec des dégazages et des zones non recouvertes) ^[111].

L'objectif ici est d'évaluer l'impact que le substrat a sur le procédé de poudrage en s'intéressant à divers paramètres liés à sa nature, ses propriétés morphologiques et différentes opérations de préparation qui peuvent lui être conférées avant l'application de la poudre. Une étude préliminaire sur l'influence de quelques caractéristiques de substrats a été réalisée avec le matériel du *Critt Bois*. Ce travail est effectué avec les substrats présentés dans l'Annexe K. Il nous a permis de déterminer l'effet de quelques paramètres de substrats sur le poudrage de peinture poudre (cf. Annexe L et Annexe M). Ceci nous a permis de dégager les paramètres essentiels du substrat qui influencent le poudrage et la qualité du feuil, notamment :

- l'effet de l'épaisseur du panneau semble avoir un impact particulier sur l'épaisseur de finition obtenue. Cela est à rattacher à d'autres propriétés de ces panneaux qui permettent à la pièce d'être assez conductrice : la forte densité des panneaux fins et l'humidité importante des panneaux épais sont propices au poudrage. Dans l'ensemble, plus la densité du substrat augmente, plus le grammage de poudre augmente.

- le fait que le substrat contienne une certaine humidité soit est propice à une meilleure fixation de poudre. En effet, le grammage de poudre est très médiocre sur du bois traité thermiquement par exemple (cf. tableau Annexe L). Cependant, il semble exister un seuil d'humidité au-delà de 9% à ne pas dépasser pour rester dans les conditions optimales de poudrage et ne pas provoquer de bullage, ce qui est compatible avec les résultats décrits dans la bibliographie ^[112].

- il semble qu'un usinage des panneaux abaisse l'efficacité du poudrage. L'état de surface est intimement lié à la nature du substrat. Une surface d'éprouvette lisse et homogène se poudre effectivement mieux qu'une éprouvette plutôt poreuse. Le bois massif est beaucoup plus difficile à poudrer que les autres matériaux dérivés du bois. Le bois traité thermiquement est encore plus difficile à poudrer car ce traitement lui confère une plus grande porosité et une plus faible masse volumique (élimination d'eau et de matière telle qu'une partie des hémicelluloses).

- le ponçage avant application de la poudre semble abaisser le grammage de poudre sans modifier forcément l'épaisseur de feuil, ce qui constitue plutôt un avantage économique pour le procédé et permettrait d'utiliser moins de poudre pour la majorité des substrats utilisés. Dans le cas des panneaux les plus fins, il faut éviter les gros ponçages mais préférer un simple égrenage pour ne pas éliminer trop de matière. Nous pouvons avancer l'hypothèse suivante : pour ces

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

substrats, le ponçage éliminerait de la matière dense par rapport à la matière centrale du panneau; or c'est la partie dense qui est conductrice.

- pour la majorité des substrats, le préchauffage tend à améliorer légèrement le comportement des surfaces à peindre vis à vis de la poudre en la rendant plus conductrice et permet ainsi de réduire la quantité de poudre utilisée sans amoindrir la qualité de finition. Aussi, pour des matériaux dont l'état de surface est très hétérogène comme l'OSB ou le panneau de particules, un tel préchauffage n'apporte pas d'avantage particulier sur le poudrage.

Tous ces facteurs influencent globalement la conductivité électrique du substrat. C'est principalement cette propriété du matériau qui conditionne la fixation de la poudre. Dans le domaine de l'électrostatique, la conductivité électrique γ est exprimée en $(\Omega.m)^{-1}$. La conductivité électrique du bois est variable selon la teneur en eau, l'essence et la densité. Elle augmente avec l'humidité. Pour les deux modes de poudrage (corona et triboélectrique), le substrat doit avoir une résistance de surface inférieure à $10^{11} \Omega$ et une teneur en humidité de 6%, ce qui fournit une conductivité acceptable^[112]. Des fabricants de panneaux bois en Europe et aux Etats-Unis développent des panneaux ayant de meilleures propriétés pour la finition en poudre (uniformité du profil de densité, qualité de la surface des panneaux).

• La cuisson des finitions poudres :

Le but principal de cette étude est d'établir une corrélation entre les conditions de cuisson de la poudre et la qualité finale de celle-ci en termes esthétiques, mécaniques, physiques et chimiques. A une épaisseur fixée, ce sont les étapes de fusion et de polymérisation qui permettent de définir les propriétés de la finition.

Une étude préliminaire a été réalisée au sein de l'entreprise *Ecofia*. Les essais ont consisté à tester certaines combinaisons de paramètres de cuisson sur des éprouvettes de MDF dense recouvertes de peinture UV grise avec les mêmes paramètres de poudrage (ceux qui donnent une centaine de microns d'épaisseur). Les résultats obtenus permettent alors d'avoir une idée des paramètres les plus influents et ont aidé à établir la table de Taguchi pour l'étude de la cuisson des finitions poudres.

Les valeurs initiales choisies pour les paramètres de cuisson sont des valeurs entrées dans une recette de production de l'entreprise. Nous avons ensuite fait varier certains paramètres : la vitesse de passage dans les éléments de cuisson IR et UV (de 1,6 à 2 m/min), la puissance des lampes (de 30 à 50 % de la puissance maximale) et la température dans chaque four IR (70 à 75°C).

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Afin de voir si la cuisson des échantillons est suffisante, quelques essais ont été effectués (résistance aux chocs de billes, résistance à l'abrasion, à la rayure, au feutre indélébile noir, au vernis à ongles, à l'acétone, au dissolvant, adhérence et épaisseur du feuil sec). Les résultats sont disponibles en globalité dans l'Annexe S. L'analyse des résultats nous a permis de déterminer les paramètres de cuisson qui semblent les plus influents sur la qualité de finition. Les principales indications qu'il faut retenir pour augmenter la cuisson des éprouvettes est qu'il faut plutôt augmenter le taux de rayonnement (puissance des sources IR) et augmenter le temps de cuisson (ralentir la vitesse d'avance des éprouvettes). En effet, une vitesse d'avance de 2 m/min dans les éléments de cuisson et une augmentation de la puissance des lampes IR sans augmentation de la température a permis d'augmenter la résistance à la rayure. Par ailleurs l'augmentation de la puissance des sources IR et du temps de passage des pièces dans les différents éléments de cuisson IR et UV, a permis d'améliorer la résistance au dissolvant des poudres. Il semblerait même qu'un temps de cuisson plus long avec une puissance de chauffage moins importante soit une meilleure solution pour obtenir une belle finition lisse et résistante.

Après avoir dégagé les grandes tendances, nous avons souhaité réaliser une étude plus précise des facteurs prépondérants de la cuisson.

II. ANALYSE PRELIMINAIRE POUR LA COMPREHENSION DU PROCÉDE

II.1 Recensement des paramètres à étudier

En observant les différentes phases du procédé de finition poudre ainsi que les différents paramètres intervenant pour chacune de ces phases, il est possible de recenser tous les facteurs influençant la qualité de la finition. La méthode de l'arête de poisson d'Ishikawa ^[113], associée à la méthode des 6M (méthode, matières, milieu, main d'œuvre, machines, mesures) ont été utilisées pour dessiner le diagramme récapitulatif des facteurs pouvant varier dans ce procédé de finition (Figure 15).

Les essais préliminaires réalisés ont permis de déterminer les facteurs ingérables, ainsi que les valeurs de paramètres les plus fréquemment utilisées et entre lesquelles les résultats varient beaucoup. Ainsi, un certain nombre de modalités par facteurs a pu être défini (cf. Annexe B).

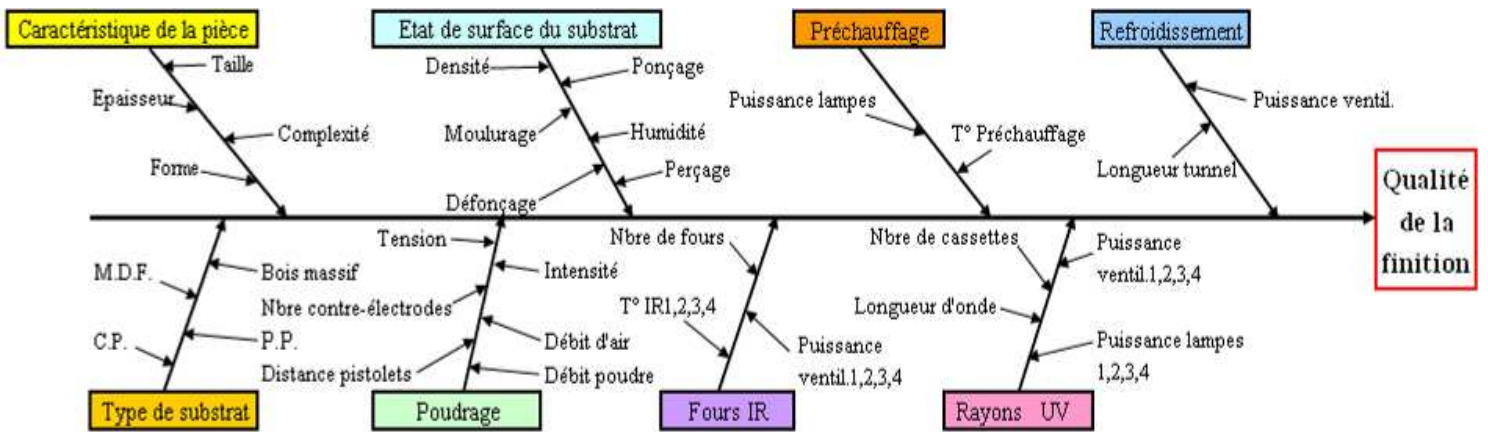


Figure 15: Diagramme d'Ishikawa des principaux facteurs influençant la qualité de la finition

II.2 Raisonnement face à la complexité du problème

Après avoir réfléchi à l'ensemble des paramètres qui interviennent sur la qualité finale de la finition et en séparant ceux inhérents au substrat de ceux qui relèvent du procédé de poudrage, puis en proposant des modalités de ces facteurs, nous avons été confrontés à plusieurs problèmes :

- la quantité de combinaisons possibles entre les différents paramètres est très élevée,
- la mise en place d'un plan d'expérimentation par la méthode Taguchi n'est absolument pas aisée, vu la quantité de facteurs et de modalités possibles (au dessus de 13 facteurs et de 3 modalités par facteurs, il n'y a pas de table de Taguchi disponible) ^[114].

Nous nous sommes donc posé plusieurs questions :

- Ne vaudrait-il pas mieux étudier séparément les facteurs caractéristiques du support d'une part et ceux du procédé d'autre part pour plus de simplicité dans les expérimentations ?
- La qualité finale d'une finition n'est-elle pas due à 2 caractéristiques combinées, qui sont la qualité de la fixation de la poudre après poudrage et la qualité de sa cuisson ?

Résumer les réponses à ces questions nous a fait aboutir au raisonnement suivant : il est absolument nécessaire de simplifier le problème et d'éliminer des solutions qui ne permettent pas d'obtenir une bonne finition. Pour se faire, il faut séparer le processus en trois parties qui vont être traitées successivement dans ce manuscrit :

- **1^{ère} étape** : application de la poudre : étude du poudrage sur le substrat,
- **2^{ème} étape** : préparation du substrat : étude de sa conductivité,
- **3^{ème} étape** : cuisson de la poudre : étude de la cuisson sur la qualité de la finition.

Si la 1^{ère} étape n'est pas réussie, alors il est certain que la qualité finale de la finition sera mauvaise, même après une cuisson satisfaisante. Il semble alors primordial d'étudier tout

d'abord les caractéristiques du substrat, puis la qualité de la fixation de la poudre avant d'étudier la qualité de la cuisson.

Cette séparation du procédé en trois étapes nous fait perdre sans doute des interactions entre différents facteurs, mais cela simplifie considérablement notre approche. Par ailleurs, ces études séparées nous semblent essentielles afin de pouvoir limiter la quantité de facteurs et de se restreindre à des modalités qui s'avèrent vraiment intéressantes pour le procédé.

III. MATERIEL, METHODES ET METHODOLOGIES

III.1 Procédés et matériaux

III.1.1 Les lignes de finitions

Les essais d'application sont réalisés sur deux installations, pour deux types d'approche : une ligne industrielle installée sur le site de la société *Ecofia* et une ligne pilote installée sur le site du *CrittBois*.

- **La ligne industrielle *Ecofia* :**

La Figure 3 de la revue bibliographique décrit parfaitement une ligne de ce type.

Pour être peintes, les pièces de bois sont accrochées par l'intermédiaire de crochets métalliques à des nacelles suspendues à un rail de convoyage métallique relié à la terre.

Un préchauffage des pièces à poudrer s'effectue dans un four à rayonnement infrarouge contenant 8 lampes disposées horizontalement sur chaque paroi du four. La puissance maximale de ces lampes est de 4 kW, mais elles fonctionnent le plus souvent à 85% de leur capacité. De ce fait, la température de la surface du substrat à la sortie du four se situe entre 50 et 55°C environ.

La cabine de poudrage verticale de la société *Ecofia* est constituée d'un ensemble de pulvérisation automatique : 12 pistolets de poudrage corona de marque *Gema* disposés 2 à 2 sur 3 hauteurs et 2 robots automatiques (Figure 16) dont le mouvement se fait par translation verticale, souvent à 21% de leur vitesse maximale, soit 15 cm/s environ. A cette vitesse, toute la surface des pièces est recouverte de manière uniforme et suffisante.

Les pistolets comportent des contre-électrodes pour attirer les ions libres de l'air et donc mieux contrôler la charge appliquée par unité de masse de poudre (de 0,15 à 2,15 $\mu\text{C/g}$) ^[115]. Les facteurs intervenant dans l'application de la poudre sont le débit de poudre (g/min), l'aspiration venturi (Nm^3/h), l'intensité (μA) et la tension électrique (kV) des pistolets (Figure 17).

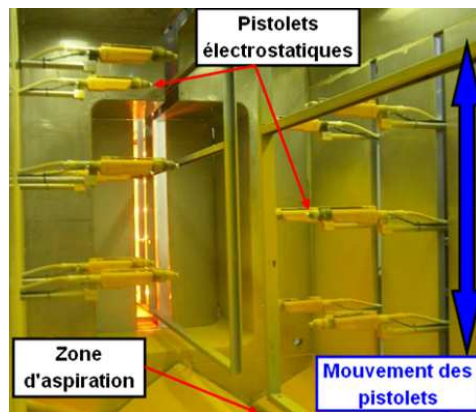


Figure 16: Cabine de poudrage avec les 12 pistolets

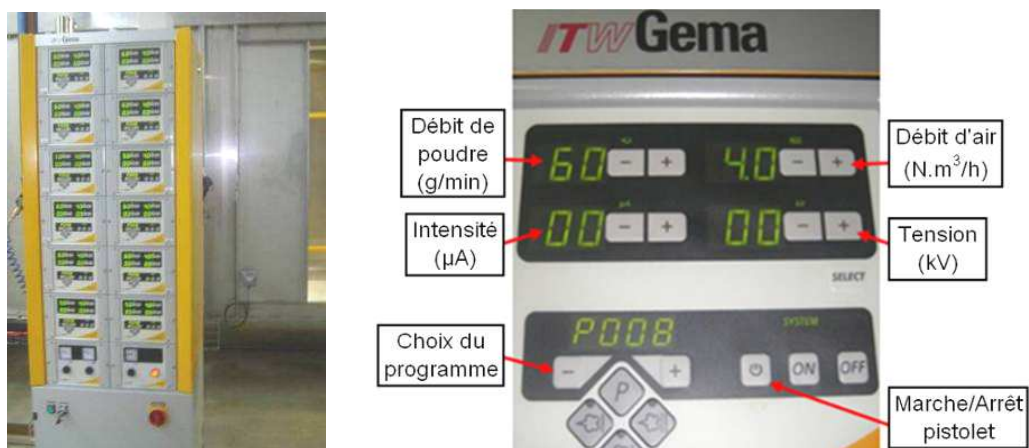


Figure 17: Commande numérique du poudrage et commande à l'unité d'un pistolet

Pour qu'elle ne s'agglomère pas, la poudre est gardée en suspension par un lit fluidisé dans un container d'alimentation. Une pompe à effet Venturi permet de transporter la poudre vers les pistolets de pulvérisation (Figure 18).

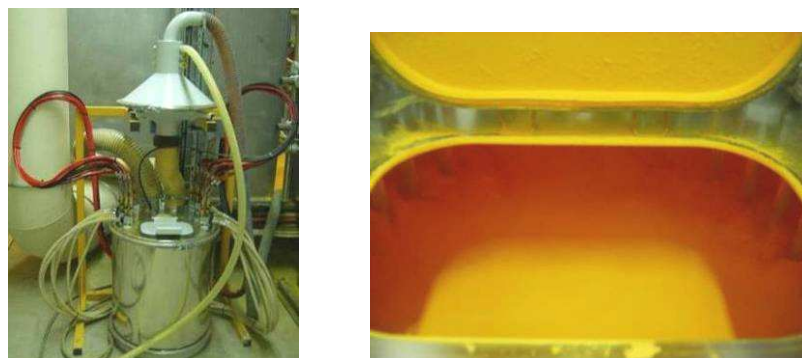


Figure 18: Container de peinture poudre jaune et particules en suspension

La zone de chauffage se compose en réalité de 4 fours, qui sont considérés comme des zones différentes avec leurs propres réglages, ce qui permet de mieux contrôler les étapes de fusion de la poudre et de polymérisation du feuil.

- zone 1 : elle est constituée de 12 lampes horizontales par côté (puissance maximale de 12kW par lampe). Dans cette première zone, il y a aussi deux extracteurs.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

- zones 2, 3 et 4 : elles sont constituées chacune de 6 lampes horizontales par côté dont la puissance maximale est de 4 kW par lampe et de 3 lampes verticales par côté de puissance maximale de 2 kW.

Pour les poudres qui nécessitent le passage sous rayonnement UV pour réticuler, un tunnel contenant des lampes UV a été mis en place. Il intègre 2 robots disposés en quinconce de chaque côté afin que l'apport lumineux soit le plus uniforme possible et que toutes les parties des pièces peintes reçoivent la même quantité de rayonnement. Il contient également des ventilateurs (Figure 19). Les deux premiers robots contiennent des lampes à vapeur de gallium (420 nm) et les deux suivants des lampes à vapeur de mercure (370 nm).

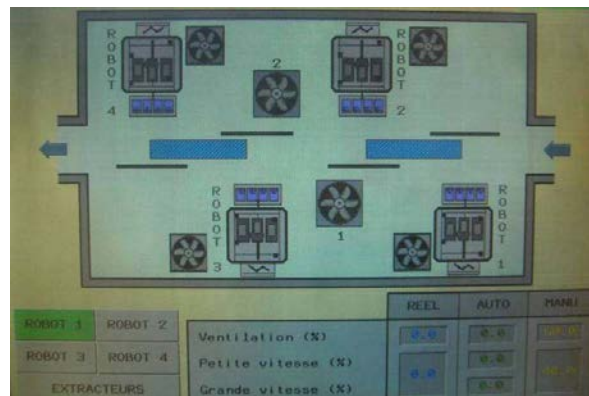


Figure 19: Schéma du tunnel de rayonnement UV sur l'armoire de commande

Après la polymérisation sous IR ou UV, les pièces de bois doivent refroidir pour être décrochées dès leur sortie et stockées. Le refroidissement est accéléré par le passage des pièces dans un tunnel équipé de ventilateurs (Figure 20).



Figure 20: Schéma du tunnel de refroidissement sur l'armoire de commande

• La ligne semi-industrielle ou pilote du CrittBois :

Le matériel *Giardina* disponible au CrittBois (Figure 21) est composé :

- d'une zone de poudrage manuel avec une cabine d'aspiration ouverte (pression d'air de 250 Pa) dans laquelle l'air aspiré est traité par un double système de filtration de type gravimétrique.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

- d'une zone de cuisson IR constituée par un four à plaques catalytiques (SPC). Le gaz est poussé à l'intérieur des plaques catalytiques et contrôlé par le circuit de gaz. Ce gaz, en contact avec les métaux nobles (rhodium, platine, etc.) contenus dans le matelas céramique de la plaque, combiné à l'air, amorce la réaction catalytique, c'est-à-dire la production de chaleur sans flamme. La puissance des plaques (30×50 cm environ) peut être réglée à trois niveaux soit 1,51 W/cm² (2,3 kW), 1,91 W/cm² (2,9 kW) et 2,20 W/cm² (3,3 kW). Ces plaques sont réglables en hauteur et inclinables. Les pièces sont amenées dans ce four par un convoyeur à rouleau à vitesse réglable et pour lequel on peut appliquer un mode aller-retour. Le four est équipé d'un système de refoulement et d'un aspirateur pour limiter les vapeurs toxiques et réguler la température des plaques.

- d'une zone de cuisson UV constituée d'un tunnel GST/UV 3D. Le tunnel est équipé d'un ventilateur de refoulement et d'aspiration pour le refroidissement des lampes UV et pour limiter la concentration d'ozone. Le tunnel est équipé de deux lampes Hg (1400 MC) de puissance unitaire de 5,6 kW indiquée pour la cuisson de produits transparents et deux lampes Ga (1400 MC-G) de puissance unitaire de 5,6 kW indiquée pour la cuisson de produits pigmentés. Ces lampes sont réglables en hauteur et inclinables. Les pièces sont amenées dans ce tunnel par un convoyeur à rouleau à vitesse réglable.

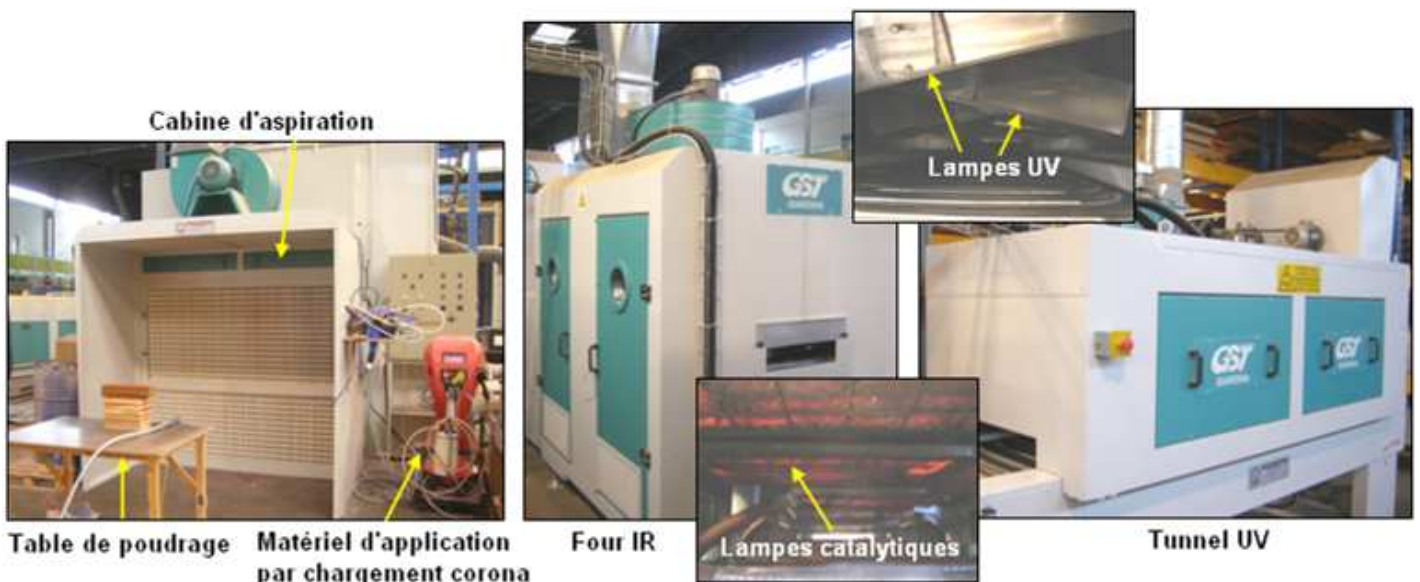


Figure 21: Matériel de finition disponible au CrittBois

III.1.2 Les différentes poudres mises en oeuvre pour l'étude du procédé

Toutes les formulations testées sont fournies par le partenaire *Akzo Nobel*. 4 types de poudres sont utilisés : *Interpon 100LB* (pure époxy), *700LB* (hybride époxy-polyester), *340UV* (polyester insaturé), *640UV* (uréthane-acrylate/polyester insaturé). Les différentes poudres mises en oeuvre dans ce chapitre sont présentées dans les Tableau 7Tableau 8Tableau 9 :

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

▪ Optimisation du poudrage à Ecofia

Système	Famille	Couleur	Aspect	Application	Code	Référence	Polymérisation
Epoxy-Polyester	700LB	Vert 674	grainé	MDF	FK352K		Thermique (IR)

▪ Vérification des paramètres de poudrage sur d'autres poudres

Epoxy-Polyester	700LB	Jaune 340	grainé	MDF	FE351F	KC53187FU	Thermique (IR)
Epoxy-Polyester	700LB	Violet 86	grainé	MDF	FH351F	KG59877FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Bleu 904	grainé	MDF	FJ352F	JK47907FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Violet 99	grainé	MDF	FH352F	KG60323FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Rose 180	grainé	MDF	FG354F	JK47939FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Orange 217	grainé	MDF	FH350F	KD54998FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Brun 704 MET	grainé	MDF	FW304F		Rayonnement UV (IR+UV)
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Vernis	grainé	MDF	9Z350F	KB53121FU	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Gris 658	grainé	MDF	9L350F	KD55166FU	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Brun RAL 8019	grainé	MDF	9M351F	KD55165FU	

Tableau 7: Les poudres mises en oeuvre dans l'étude du poudrage à Ecofia

▪ Etude sur le bois massif au CrittBois

Système	Famille	Couleur	Aspect	Application	Code	Référence	Polymérisation
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	Vernis	lisse satin	MDF		DJB 216/3	Rayonnement UV

▪ Influence des polyphénols des plaquages de bois massif au CrittBois

Epoxy	100LB	rouge	lisse mat	MDF		DJC 207/6	Thermique IR
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	rouge RAL 3020	lisse mat	MDF		DJB 211/5	Rayonnement UV

▪ Optimisation du procédé sur la ligne Ecofia

Epoxy-Polyester	700LB	Vert 674	grainé	MDF	FK352K		Thermique (IR)
-----------------	-------	----------	--------	-----	--------	--	----------------

Tableau 8: Les poudres mises en oeuvre dans l'étude de l'influence du substrat

▪ Optimisation de la cuisson IR et IR+UV dans le domaine industriel (Ecofia)

Système	Famille	Couleur	Aspect	Application	Code	Référence	Polymérisation
Epoxy-Polyester	700LB	Vert 674	grainé	MDF	FK352K		Thermique IR
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Blanc 657	grainé	MDF	9A351F	JA37977FU	Rayonnement UV

▪ Vérification des paramètres de cuisson sur d'autres poudres

Epoxy-Polyester	700LB	Gris RAL 7021	grainé	MDF		DJA 208/6	Thermique (IR)
Epoxy-Polyester	700LB	Bleu 904	grainé	MDF	FJ352F	JK47907FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Orange 217	grainé	MDF	FH350F	KD54998FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Violet 86	grainé	MDF	FH351F	KG59877FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Jaune 340	grainé	MDF	FE351F	KC53187FU	
Epoxy-Polyester	700LB	Brun 695	grainé	MDF	FM353F	JK48223FU	
Epoxy	100LB	Blanc RAL 9010	lisse mat	MDF		DJB 214/4	
Epoxy	100LB	Vernis	lisse mat	MDF		DJD 203/4	
Epoxy	100LB	Rouge	lisse mat	MDF		207/6	
Epoxy	100LB	Gris RAL 7015	lisse mat	MDF		DJC 208/4	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Ivoire	grainé	MDF	9D350F	KM66210FU	Rayonnement UV (IR+UV)
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Tilleul	grainé	MDF	9K351F	KM66209FU	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Grenadine	grainé	MDF	9G350F	KM66207FU	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Blanc 657	grainé	MDF	9A351F	JA37977FU	
Polyester/(méth-)Acrylate	340UV	Vernis	grainé mat	MDF		DKE226/5	
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	Rouge RAL 3020	lisse mat	MDF		DJB 211/5	
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	Gris RAL 7015	lisse mat	MDF		DJB 212/5	
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	Vernis	lisse satin	MDF		DJB 216/3	
Uréthane-Polyester/(méth-)Acrylate	640UV	Blanc 672	lisse brillant	MDF	9A050F		

Tableau 9: Les poudres mises en oeuvre dans l'étude de la cuisson à Ecofia

Certaines poudres ont fait l'objet d'une mesure de leur température de transition vitreuse.

Elles sont répertoriées dans le Tableau 10.

	Température de transition vitreuse (Tg)	Annexe de référence
700LB vert 674	67,9°C	C1
340UV blanc 657	43,7°C	C2

Tableau 10: Température de transition vitreuse de quelques poudres

Par ailleurs, le Tableau 11 donne les résultats d'une analyse granulométrique de quelques poudres mises en œuvre dans nos essais.

Type de poudre	Pourcentage de particules par catégorie de diamètre				Diamètre médian (µm)	
	<10µm	10µm< <75µm	75µm< <90µm	>90µm		
Interpon 700LB (époxy-polyester)	Vert clair (FK352F, vert 674)	3,05%	75,52%	8,81%	12,62%	46,4
	Jaune (FE351F, jaune 340)	3,86%	81,50%	7,41%	7,23%	41,6
	Mauve (FH351F, violet 86)	0,84%	75,11%	11,16%	12,89%	53,6
	Rose fuchsia (FH352F, violet 99)	3,66%	76,55%	8,32%	11,47%	44,8
	Orange (FF350F, orange 217)	3,19	84,10%	6,71%	6,00%	42,8
	Marron (FW304F, brun 704 MET)	2,42%	77,40%	9,25%	10,93%	48,00
Interpon 340UV (polyesters insaturés)	Vernis (9Z350F, vernis)	1,33%	87,64%	6,27%	4,76%	39,1
	Blanc (9A351F, blanc 657)	8,24%	85,16%	4,38%	2,22%	32,4
	Marron (9M351F, RAL 8019)	5,46%	77,12%	7,78%	9,64%	42,3

Tableau 11: Analyse granulométrique des poudres par couleur

III.1.3 Les substrats mis en œuvre pour les essais

• Substrats pour l'étude du poudrage à Ecofia :

Cette étude s'effectue tout d'abord sur différents substrats, essentiellement des panneaux de fibres : MDF dit « conducteur » (*Egger MDF-MB PL E1* à 800 kg/m³), MDF standard (*Egger MDF-ST E1* à 720 kg/m³), MDF dense (*Fibrapan//DM-620* à 775 kg/m³). Les dimensions des éprouvettes étaient de 200×350×20 mm, avec un accrochage central et unique par un crochet vissé dans le chant. L'état de surface des éprouvettes était brut sans ponçage et sans usinage.

L'analyse des premiers résultats permet de choisir des valeurs de paramètres plus précises et de les appliquer à l'ensemble des matériaux disponibles, en les adaptant plus ou moins en fonction de leurs caractéristiques anatomiques et hygrométriques communes. La deuxième série d'essais est donc réalisée sur les différents MDF, mais également sur des panneaux de multipli de bouleau de même épaisseur.

• Eprouvettes pour l'étude du bois massif au CrittBois :

Des éprouvettes de sapin, douglas, mélèze, frêne, hêtre, chêne, châtaignier, ayous, framiré et okoumé ont été usinées dans le plan tangentiel, après élimination de l'aubier, avec les dimensions (Longueur, largeur, épaisseur) respectives suivantes : 290×110×13 mm puis simplement ponçées (ponceuse orbitale manuelle, P120). L'humidité des échantillons était proche de 6% (stockage long dans la halle de l'ENSTIB).

• **Substrats pour l'étude de l'influence des polyphénols au CrittBois :**

Nous avons poudré et cuit des placages de différentes essences de bois comme du bouleau, du hêtre, du chêne et de l'olivier tropical qui présentent des variations de concentration en polyphénols. Dans le bois, ces molécules entrent dans la composition des tanins hydrolysables (unités d'acide gallique, d'acide ellagique et de sucres), des flavonoïdes et des tanins condensés (unités de flavonoïdes) ou lignines. D'après la littérature, les valeurs moyennes suivantes, après des extractions respectivement dans l'eau chaude, l'éthanol-benzène et une solution de soude, sont obtenues pour différentes essences : environ 18% d'extractibles contenant des groupements phénoliques pour le hêtre ^[116], 23% pour les bouleaux et 32% pour les chênes ^[117] (pas de données disponibles pour l'olivier tropical).

• **Substrats pour l'étude de leur influence sur la qualité du feuillet à Ecofia :**

Nous avons mis en œuvre ici plusieurs types de panneaux dérivés du bois (Tableau 12) avec des dimensions d'éprouvette de 300×600 mm. Leur disposition sur le convoyeur était horizontale avec 2 crochets vissés sur le chant supérieur disposés à 10 cm des bords extérieurs.

	Facteur	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Type de substrat	MDF	MDF ébénisterie*	MDF médiland*	MDF traité M1	
	Panneau bois	Panneau de particules		OSB	
	Contreplaqué	Peuplier	Bouleau	Okoumé	Hêtre

Tableau 12: Substrats pour l'optimisation du procédé Ecofia

* MDF ébénisterie (dénomination fournisseur) : contient une majorité de fibres de bois de feuillus
 MDF médiland (dénomination fournisseur) : contient une majorité de fibres de bois de résineux

• **Substrats pour l'étude de la cuisson à Ecofia :**

Nous n'avons testé que du MDF dense (*Fibrapan//DM-620* à 775 kg/m³) brut sans ponçage pour cette étude. Les dimensions étaient de 200×300 mm avec une épaisseur de panneau standard de 19 mm. Les pièces étaient accrochées verticalement par un crochet simple vissé sur le chant supérieur en son milieu.

III.2 Méthodologie d'optimisation du procédé

III.2.1 Les paramètres de l'étude du procédé

• **Facteurs variables et leurs modalités, paramètres fixes pour l'étude du poudrage à Ecofia :**

Nous avons testé 7 paramètres liés au poudrage : le débit de poudre, l'intensité du courant électrique, la tension du courant électrique, le débit d'air, la distance des pistolets par rapport aux éprouvettes, la vitesse de déplacement des pistolets, le nombre de contre-électrodes

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

sur les pistolets. Certains de ces facteurs ont déjà été partiellement étudiés dans une étude menée par Mazumder et ses collaborateurs en 2006 [115].

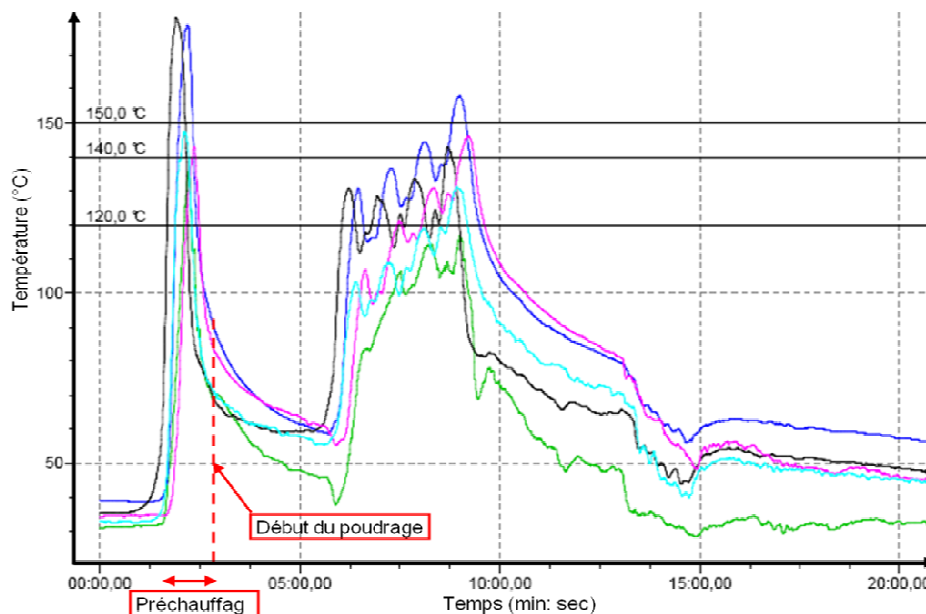
Le choix des modalités s'est fait suite à la visite d'un spécialiste des pistolets *Gema*. Pour le débit de poudre, l'intensité, la tension, le débit d'air ainsi que le nombre de contre-électrodes sur les pistolets, nous avons choisi de prendre comme 1^{ère} et 3^{ème} modalité respectivement les valeurs les plus faible et forte qu'il avait utilisées. Pour la 2^{ème} modalité, nous avons pris une valeur intermédiaire centrée entre ces deux valeurs (Tableau 13).

Facteurs du poudrage (ECOFIA)		Niveau/Modalité		
		1	2	3
A	Débit de poudre (g/min)	10	20	30
B	Intensité (µA)	10	30	50
C	Tension (kV)	40	55	70
D	Débit d'air (Nm ³ /h)	3,5	4	4,5
E	Vitesse des pistolets (%)*	11	21	31
F	Distance des pistolets (cm)	10	15	20
G	Nombre de contre-électrodes	0	4	8

* 11% : 6,6 m/min
21% : 11,1 m/min
31% : 14,8 m/min

Tableau 13: Les facteurs du poudrage et leurs modalités

Des paramètres ont été fixés comme la vitesse du convoyeur à 2 m/min, la conductivité des éprouvettes (conditions hygrométriques de l'atelier à 24°C et 44% HR, soit environ 8% d'humidité pour les éprouvettes, la puissance de ventilation de la cabine de poudrage, la puissance du four de préchauffage (70% de la puissance maximale).



Légende :

- Température ambiante à proximité de la pièce (préchauffage : 136°C, poudrage : 70°C)
- Température de surface du MDF (préchauffage : 180°C, poudrage : 88°C)
- Température de chant inférieur du MDF (préchauffage : 147°C, poudrage : 72°C)
- Température de chant antérieur du MDF (préchauffage : 180°C, poudrage : 70°C)
- Température de chant postérieur du MDF (préchauffage : 143°C, poudrage : 85°C)

Figure 22: Courbe de températures de la cuisson d'une poudre ULB

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

La Figure 22 présente une courbe de température réalisée avec le système d'enregistrement *Datapaq* et le logiciel associé *Easy Track*, dans ces conditions et qui permettent de préciser les conditions de température des éprouvettes lors du poudrage.

• Paramètres de l'étude du substrat (bois massif) au *CrittBois* :

Dans un premier temps, nous avons appliqué le vernis 640UV avec le pistolet corona du *CrittBois* dans les mêmes conditions pour chaque essence : débit de poudre/débit d'air : 1, intensité : 13 μ A, tension : 45 kV, pression d'air de fluidisation : 0,5 bar. La buse du pistolet se trouvait à 10 cm de l'éprouvette et nous avons procédé à 5 allers-retours de poudrage pendant 15 s. Nous avons alors mesuré le grammage pour chaque substrat (moyenne sur 3 éprouvettes).

Dans un deuxième temps, nous avons ajusté le poudrage afin d'obtenir environ 5 g/m² de poudre pour chacune des essences. Nous avons ensuite procédé à la cuisson de la poudre : zone IR : distance des lampes: 12 cm, puissance minimale (1,51 W/cm) pendant 25 s (1 passage à 3 m/min.), puis zone UV: 4 lampes (2 Hg, 2 Ga) pendant 35 s.

• Paramètres de l'étude de l'influence des polyphénols des placages de bois massif au *CrittBois* :

Sur les échantillons, de la poudre (rouge 100LB, rouge 640UV) a été cuite au *CrittBois* sous IR (1,51 W/cm pendant 25 s à 12 cm des lampes) et UV (4 lampes pendant 35s), puis prélevée pour analyses en FTIR. Les spectres obtenus comparés à ceux des poudres non cuites permettent de calculer le taux de réticulation de chacun des échantillons (méthode décrite ultérieurement).

• Facteurs variables et leurs modalités, paramètres fixes pour l'étude du substrat à *Ecofia* :

C'est à partir des résultats de l'étude préliminaire effectuée au *CrittBois* que nous avons déterminé les facteurs du substrat à étudier en priorité et dressé les plans expérimentaux sur la ligne *Ecofia* afin d'optimiser le process sur des panneaux à base de bois. Les facteurs variables que nous avons choisis sont présentés ci-après et résumés dans le Tableau 14.

	Facteur	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Propriétés dimensionnelles et physiques	Epaisseur	9-10 mm	15-16 mm	18-19 mm	21-22/25
	Humidité	6 %	9 %	11 %	13 %
Usinage et état de surface	Largeur usinage	8 mm	12 mm	18 mm	36 mm
	Profondeur usinage	¼ de l'épaisseur	½ de l'épaisseur	¾ de l'épaisseur	1/1
	Ponçage	P80	P120	P150	P180

Tableau 14: Paramètres intervenant dans l'étude de l'influence du matériau sur la qualité de feuil sec

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Plusieurs épaisseurs ont été testées. Les épaisseurs de panneaux de 10, 16, 19 et 25 mm sont des valeurs courantes pour l'industrie du bois et ce sont celles que nous avons retenues.

Des tests avec des humidités rencontrées dans des ateliers d'usinage du bois et de poudrage ont été réalisés. Les humidités de 13%, 11%, 9% et 6% sont atteintes grâce à des solutions salines (méthode décrite en Annexe N) et à la fabrication d'une caisse isolée thermiquement. Les éprouvettes ont été conditionnées dans cette enceinte pendant au moins 15 jours avant d'être soumises aux essais.

Ce sont principalement l'épaisseur, le rayon de courbure des usinages qui ont une importance vis-à-vis des modifications de la conductivité. Afin de réduire le nombre d'usinages différents pour les éprouvettes, nous avons choisi de modéliser l'ensemble des usinages possibles par une forme unique en « cane » (Figure 23). L'empreinte usinée a une largeur et une profondeur qui évoluent pour les tests. L'influence de la largeur de l'empreinte est étudiée en la faisant varier grâce à un usinage par quatre outils de diamètres différents : 8, 12, 18 et 36 mm. La forme est usinée verticalement au centre de toutes les éprouvettes avec des profondeurs différentes, au $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{3}{4}$ et totalité de l'épaisseur du panneau.

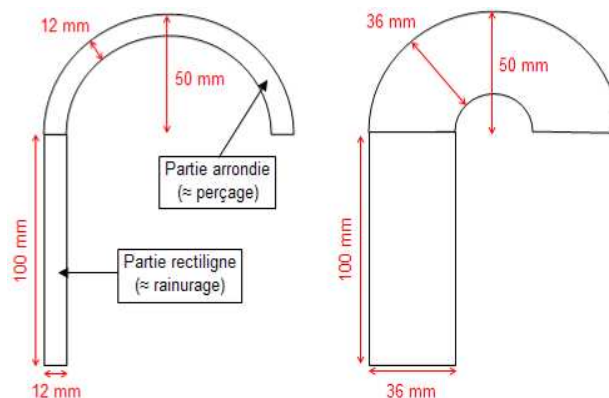


Figure 23: Ensemble d'usinages en forme de cane

L'état de surface se caractérise essentiellement par le degré de ponçage de la surface du support. Un ponçage des surfaces, particulièrement des chants, est recommandé [112]. Le ponçage a ici été réalisé avec une ponceuse à bande (*Wurth, HBS560*) et avec les abrasifs suivants : P80, P120, P150 et P180 (un ponçage P180 étant assez rarement utilisé car il tend à boucher les pores et donc à réduire l'adhérence entre le film de finition et le substrat).

Cette étude a été réalisée avec des paramètres de poudrage constants et permettant d'atteindre un poudrage suffisant (100 μm), sachant que les éprouvettes étaient accrochées toujours de manière unique et symétrique avec 2 crochets à 10 cm des bords, sur le chant.

- Préchauffage : 70% de sa puissance maximale.
- Poudrage : paramètres qui permettent d'obtenir une épaisseur de 100 μm :

Paramètres de poudrage pour ~100µm					
Débit de poudre (g/min)	7	Tension (kV)	40	Vitesse des pistolets (%)	21
Intensité (µA)	10	Débit d'air (Nm ³ /h)	3,5	Distance des pistolets (cm)	15
				Nombre de contre-électrodes	0

- Cuisson :

	Paramètre de cuisson (ECOFIA)	Niveau
	Vitesse d'avance	1,6 m/min
Four de préchauffage	Puissance lampes IR	50%
Fours IR	Puissance lampe IR 1	60 %
	Puissance lampe IR 2	55 %
	Puissance lampe IR 3	50 %
	Puissance lampe IR 4	50 %
	Température IR	75 °C
	Puissance ventilation IR	40 %
	Nombre de fours IR	4
Tunnel de refroidissement	Puissance ventilation refroidissement	80

• **Paramètres variables, modalités de facteur et paramètres fixes pour l'étude de la cuisson à Ecofia :**

Pour étudier la cuisson, nous avons choisi de faire varier les paramètres suivants : l'épaisseur du feuil (Tableau 15), les vitesses d'avance du convoyeur pour la zone IR et la zone UV (en m/min ou en % de la vitesse maximale), la puissance des lampes IR (intensité du rayonnement), la température des fours IR, la puissance de la ventilation IR, le nombre de fours IR en fonctionnement, la puissance des lampes UV, la puissance de la ventilation UV, le nombre de robots UV en fonctionnement et la puissance de refroidissement.

Paramètres de poudrage	Niveau/Modalité		
	~100	~130	~160
Epaisseur du feuil sec (µm)			
Débit de poudre (g/min)	5	7	10
Intensité (µA)	5	10	20
Tension (kV)	27/28	38/39	49/50
Débit d'air (Nm ³ /h)	2,5	3,5	4
Vitesse des pistolets (%)*	21	21	21
Distance des pistolets (cm)	15	15	15
Nombre de contre-électrodes	0	0	0

Tableau 15 : Paramètres de poudrage pour obtenir les trois épaisseurs différentes

Pour le choix des modalités de facteurs, les valeurs centrales suivent les indications données par les formulateurs de poudre (température de polymérisation) ainsi que les prescriptions données par les fabricants de fours IR et de tunnels UV.

Ces essais sont réalisés avec certains paramètres fixes. La puissance du four de préchauffage est réglée à 85% de la puissance maximale et la conductivité des éprouvettes est également fixée : conditions hygrométriques de l'air (24°C et 44% HR soit environ 8% d'humidité dans les substrats), dimensions (200×300×19 mm), accrochage (sur face, central et unique), état de surface (brut sans ponçage), usinage (nul).

III.2.2 Les plans d'expériences et la méthode Taguchi

Cette méthode a pour but de simplifier le protocole expérimental afin de mettre en évidence les effets de facteurs sur la réponse, qui peut être une variable dans un procédé ou même la mesure de la qualité d'un produit [114].

L'outil statistique utilisé dans les plans d'expériences est l'analyse de la variance. Des résultats algébriques permettent de répondre aux deux questions suivantes :

- Combien d'essais doit-on réaliser ?
- Comment construire la combinatoire des essais ?

L'application de la méthode Taguchi pour préparer les différentes expériences est fort intéressante dans notre étude car elle permet une réalisation rigoureuse des essais tout en réduisant leur nombre, sans perdre en précision, même si le nombre de facteurs à étudier est important. Le mérite de Taguchi est d'avoir simplifié l'utilisation des plans d'expérience fractionnaires afin de les rendre utilisables par de nombreux expérimentateurs [118].

Ici, les plans d'expériences sont mis en œuvre pour dégager les principaux facteurs influents sur le procédé, étant donné leur grand nombre. Par la suite, il faudrait avoir recours à des expériences plus nombreuses avec un nombre réduit de facteurs préalablement choisis parmi les plus influents, afin de vérifier les modèles mathématiques définis. Cependant, cela ne fait pas partie de la thèse.

• Préparation des essais :

Une fois les facteurs et leurs modalités (ou niveaux) retenus, on choisit une table Taguchi orthogonale $L_z(y^x)$ (z : nombre d'essais à effectuer, x : nombre de facteurs et y : nombre de niveau par facteur) ou plan factoriel fractionnel dans lequel chaque niveau de facteur est combiné le même nombre de fois avec chaque niveau des autres facteurs (cf. Tableau 16).

L4 (2 ³)	Facteurs		
	A	B	C
Expériences	1	1	1
	2	2	2
	3	1	2
	4	2	1

Tableau 16: Exemple de Table L4(2³) à 3 facteurs et 2 niveaux

La place de chaque facteur dans le plan de Taguchi a son importance. En effet, elle est choisie selon la difficulté de réalisation du facteur dans l'expérience. Cette place dans le plan permettra au facteur le plus difficile à réaliser d'effectuer le moins de changements de niveaux possibles. On peut ainsi regrouper les facteurs par degrés de difficulté de réalisation.

• Réalisation des essais et résultats :

Les essais sont réalisés dans l'ordre de la table Taguchi. Pour chaque série d'expériences, au moins 3 essais par ligne. Les moyennes et les écart-types sont ensuite calculés pour chaque expérience et pour toutes les expériences. On réalise ensuite une table des effets de chaque facteur et des interactions niveau par niveau sur la réponse (valeurs obtenues à partir des moyennes et des écart-types) (Tableau 17).

Résultats					Effets des facteurs sur la moyenne		
					$A1_m = (51+17)/2-34 = 0$	$B1_m = (51+15)/2-34 = -1$	$C1_m = (51+73)/2-34 = 18$
56	43	54	51	5,7	$A2_m = (15+53)/2-34 = 0$	$B2_m = (17+73)/2-34 = 1$	$C2_m = (17+15)/2-34 = -18$
21	11	19	17	4,3	$Ecart_m = A2_m - A1_m = 0$	$Ecart_m = B2_m - B1_m = 2$	$Ecart_m = C2_m - C1_m = -36$
15	17	13	15	1,6	Effets des facteurs sur l'écart-type		
62	23	74	53	21,8	$A1\sigma = (5,7+4,3)/2-8,4 = -3,4$	$B1\sigma = (5,7+1,6)/2-8,4 = -4,75$	$C1\sigma = (5,7+21,8)/2-8,4 = 5,35$
$Y_m = 34$ $\sigma_m = 8,4$					$A2\sigma = (1,6+21,8)/2-8,4 = 3,4$	$B2\sigma = (4,3+21,8)/2-8,4 = 4,75$	$C2\sigma = (4,3+1,6)/2-8,4 = -5,35$
					$Ecart\sigma = A2\sigma - A1\sigma = 6,8$	$Ecart\sigma = B2\sigma - B1\sigma = 9,5$	$Ecart\sigma = C2\sigma - C1\sigma = -10,7$

Tableau 17: Exemple de calculs sur une table $L4(2^3)$

Ensuite, les effets des facteurs sont transcrits en graphique d'évolution pour pouvoir visualiser plus clairement leur influence sur la réponse (Figure 24). Plus la pente est raide, plus l'effet est significatif.

- C au niveau 1 a un effet positif important sur la moyenne (+18).
- A n'a absolument aucun effet sur la moyenne.
- A et B ont un effet similaire sur la moyenne qui est très faible.
- Tous les facteurs ont une assez importante variabilité.

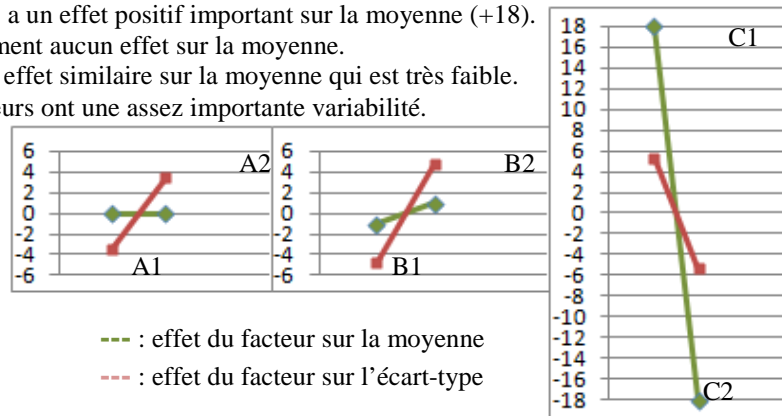


Figure 24: Exemple de graphique d'évolution des effets des facteurs

Par lecture des graphiques, on peut obtenir de manière simple :

- la valeur maximale : moyenne des moyennes + effet des facteurs aux niveaux positifs et maximaux par rapport à la moyenne des moyennes (ex : $y1 = Y_m + A2_m + B2_m + C1_m = 53$),
- la valeur minimale : moyenne des moyennes + effet des facteurs aux niveaux négatifs et minimaux par rapport à la moyenne des moyennes (ex : $y2 = Y_m + A1_m + B1_m + C2_m = 15$),
- la meilleure précision : moyenne des écart-types + effet des facteurs aux niveaux négatifs par rapport à la moyenne des écart-types (ex : $y3 = \sigma_m + A1_\sigma + B1_\sigma + C2_\sigma = -5,1$).

Il est également possible de trouver un compromis entre une valeur maximale (ou minimale) avec une bonne précision en choisissant les facteurs les plus influents sur M_m et sur σ_m et les modalités appropriées.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

La connaissance exacte de l'influence d'un facteur est basée sur une analyse de la variance, puis par un test de type Fischer-Snédecor (si $F_{\text{théorique}} < F_{\text{expérimental}}$, alors le facteur est influent et inversement) (cf. Tableau 18 et Tableau 19).

	Degré de liberté	Somme des carrés	Variance	
A	ddlA = n-1 = 1	scA = (N/n)*(A1 _m ² +A2 _m ²) = 0	vA = scA/ddlA = 0	N : nombre total d'essais n : nombre de niveau par facteur yi : un résultat ou réponse Y _m : moyenne des moyennes
B	ddlB = n-1 = 1	scB = (N/n)*(B1 _m ² +B2 _m ²) = 12	vB = scB/ddlB = 12	
C	ddlC = n-1 = 1	scC = (N/n)*(C1 _m ² +C2 _m ²) = 3888	vC = scC/ddlC = 3888	
Total	ddlt = N-1 = 11	sct = $\sum(y_i - Y_m)^2 = 4609$	vt = sct/ddlt = 419	
Résidu	ddlr = ddlt-1 = 10	scr = sct-(scA+scB+scC) = 709	vr = scr/ddlr = 70,9	

Tableau 18: Exemple d'analyse de la variance sur la table L4 (2³)

	F _{expérimental}	F _{théorique} *	Test de Fischer-Snédecor	
A	FeA = vA/vr = 0	4,96	non significatif	*Déterminé selon une table Snédécour selon v1 (ddl du facteur) et v2 (ddl résiduel) ainsi que suivant la qualité choisie dans le calcul de l'écart-type (95 ou 99%)
B	FeB = vB/vr = 0,17	4,96	non significatif	
C	FeC = vC/vr = 54,84	4,96	très significatif	

Tableau 19: Exemple de test de Fischer-Snédecor avec la table L4 (2³)

• Analyse statistique des résultats par un logiciel :

L'utilisation du logiciel de traitement statistique de plans expérimentaux *JMP*[®] nous a permis de réaliser un criblage utile dans la détermination des rapports t de Lenth pour chaque facteur. Le signe de ce rapport permet de savoir si un facteur a un effet positif (t>0) ou négatif (t<0) sur une réponse et sa valeur permet de connaître son influence. Le rapport t de Lenth d'un facteur est calculé par le rapport $Ecart_m/Ecart_\sigma$ et est basé sur une analyse de la variance pour connaître son influence sur la réponse.

Ensuite, l'ajustement selon la méthode des moindres carrés (minimiser la somme des carrés des écarts ou résidus) et la fonction « profileur de prévision » du logiciel, nous permet des connaître les modalités de facteurs qui donnent une réponse optimale, tout en combinant l'ensemble des facteurs. C'est par cette méthode que nous avons optimisé les différentes étapes du procédé de finition poudre, en considérant la désirabilité (Figure 25).

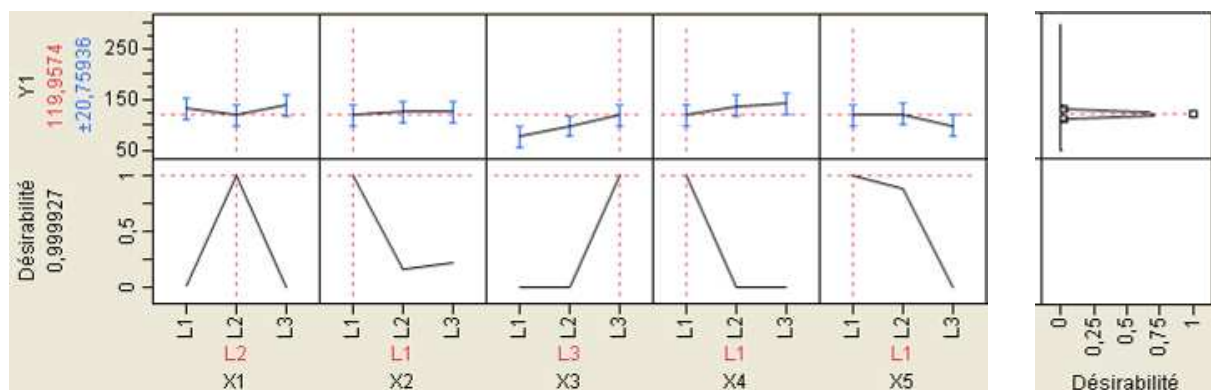


Figure 25: Exemple de prédiction d'une réponse optimale pour une valeur précise

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

En effet, la désirabilité est une méthode d'optimisation multicritère, proposée en premier par Derringer et Suich, très utile pour trouver le meilleur compromis entre plusieurs réponses [113] (1 : satisfaction maximale, 0 : refus complet, $0 < d < 1$: certains objectifs sont atteints et d'autres partiellement). On peut choisir une désirabilité pour un intervalle de réponse ou pour une valeur précise ; le meilleur compromis étant obtenu pour la plus forte valeur de désirabilité globale.

Enfin, une vérification des combinaisons de paramètres optimales doit ensuite être effectuée par de nouveaux essais. L'analyse de la correspondance entre les résultats attendus et les résultats obtenus est alors réalisée. S'il y a une correspondance parfaite alors le plan d'expériences ne comprend pas d'interaction entre facteurs, auquel cas, il faudrait en bâtir un nouveau les mettant en œuvre.

Remarque : A partir des essais, il est possible de faire une « extrapolation maîtrisée », c'est-à-dire qu'on utilise le modèle mathématique établi dans le domaine d'étude en dehors de celui-ci. On fait donc l'hypothèse que, dans le voisinage du domaine d'étude (valeur de facteurs proches des niveaux étudiés), les tendances indiquées par le modèle sont encore acceptables. La pratique montre que c'est un moyen efficace pour orienter une étude vers la solution souhaitée.

- **Le plan expérimental Taguchi choisi pour le poudrage (*Ecofia*) :**

Avec 7 facteurs à 3 modalités, il est possible d'utiliser une table de Taguchi L_{27} (cf. Annexe D1), qui nous permet d'étudier 3 interactions entre facteurs.

Nous avons choisi d'étudier les interactions suivantes : débit de poudre/intensité du courant électrique (3,4), débit de poudre/tension du courant électrique (6,7) et intensité/tension du courant électrique (8,11). Cette dernière interaction est intéressante car avec les différents essais préliminaires, nous avons pu observer que ces deux paramètres varient souvent ensemble. En général, si l'intensité est trop basse, la tension demandée n'arrive pas à se stabiliser et baisse automatiquement. Si la tension est trop faible, alors c'est l'intensité qui ne se stabilise pas à la valeur souhaitée.

- **Plan expérimental Taguchi choisi pour l'influence du substrat et évaluation de la qualité de finition (*Ecofia*) :**

Pour évaluer l'impact de ces facteurs (humidité A, épaisseur du substrat B, largeur de l'usinage C, profondeur de l'usinage D et finesse du ponçage de la surface E), nous avons choisi la table Taguchi L_{16} (5 facteurs à 4 niveaux) suivante (Tableau 20) :

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Les facteurs et leurs niveaux

Facteurs des substrats	Niveaux de facteur			
	1	2	3	4
X1 Humidité (%)	8	10	12	15
X2 Epaisseur de l'éprouvette (mm)	9 ou 10	15 ou 16	18 ou 19	21 ou 22 - 25
X3 Largeur défonçage (mm)	8	12	18	36
X4 Profondeur défonçage (/épaisseur)	1/4	1/2	3/4	1
X5 Ponçage	P80	P120	P150	P180

Matrice d'expérience L16 (5 facteurs à 4 niveaux)

N° essai	X1	X2	X3	X4	X5
1	8	9 ou 10	8	1/4 soit 2,5 mm	P80
2	8	15 ou 16	12	1/2 soit 8 mm	P120
3	8	18 ou 19	18	3/4 soit 14,25 mm	P150
4 et 17	8	21 ou 22 - 25	36	1 soit 22-25 mm	P180
5	10	9 ou 10	12	3/4 soit 7,5 mm	P180
6	10	15 ou 16	8	1 soit 16 mm	P150
7	10	18 ou 19	36	1/4 soit 4,75 mm	P120
8 et 18	10	21 ou 22 - 25	18	1/2 soit 11-12,5 mm	P80
9	12	9 ou 10	18	1 soit 10 mm	P120
10	12	15 ou 16	36	3/4 soit 12 mm	P80
11	12	18 ou 19	8	1/2 soit 9,5 mm	P180
12 et 19	12	21 ou 22 - 25	12	1/4 soit 5,5-6,25 mm	P150
13	15	9 ou 10	36	1/2 soit 5 mm	P150
14	15	15 ou 16	18	1/4 soit 4 mm	P180
15	15	18 ou 19	12	1 soit 19 mm	P80
16 et 20	15	21 ou 22 - 25	8	3/4 soit 16,5-18,75 mm	P120

Tableau 20: Facteurs et table de Taguchi L₁₆ mis en œuvre

A l'issue des essais de poudrage et de polymérisation, nous avons évalué la qualité de la finition à partir des propriétés suivantes (décrites en partie dans le paragraphe ultérieur) :

- le grammage de poudre Y1,
- l'état de surface : homogénéité du poudrage Y2, recouvrement des arêtes de l'usinage Y3, poudrage à l'intérieur de l'usinage Y4, présence de bullage Y5 et rugosité de surface Y6 (résultats basés sur une cotation allant de 0 à 5, d'après une évaluation subjective-au toucher pour la rugosité),
- les caractéristiques des finitions : épaisseur du feuil sec Y7 ^[119], adhérence au substrat Y8 (NF EN ISO 2409) ^[120], résistance à l'acétone Y9 (NF EN 60 050 (13.2), NF EN 12720) ^[121], ^[122].

Remarque : D'autres propriétés du feuil telles que la résistance à la rayure, aux chocs de billes ou à l'abrasion auraient pu être mesurées, mais il s'agit de tests longs et l'expérience m'a montré qu'elles dépendent davantage de la formulation des poudres que du procédé.

• Plan expérimental Taguchi choisi pour l'étude de la cuisson à Ecofia :

Etant donné le nombre de facteurs à étudier, nous avons utilisé une table de Taguchi L₂₇ (7 facteurs à 3 modalités). Pour la poudre à cuisson UV, si nous considérons l'ensemble des paramètres, il y en a 11 différents à étudier. Ceci est très difficile à mettre en œuvre. Il semble donc plus judicieux de considérer que tous les paramètres de l'étape de fusion sous IR (B, C, D, E, F) n'en constituent qu'un seul. On choisit alors trois programmes différents avec des réglages spécifiques qui permettent d'arriver à trois niveaux de fusion. Dans ce cas, il ne reste que 7 paramètres à étudier, décrits dans le Tableau 21.

CUISSON IR (ECOFIA)		Modalités			CUISSON IR +UV (ECOFIA)		Modalités		
		1	2	3			1	2	3
A	Epaisseur du feuil sec (µm)	~100	~130	~160	Nombre de robots UV		4	3	2
B	Vitesse d'avance IR (m/min)	1,2	1,6	2	Epaisseur du feuil sec (µm)		~100	~130	~160
C	Puissance lampe IR 1 (%)	30	50	60	Programme IR		1	2	3
D	Température IR1 (°C)	65	70	75	Vitesse de balayage des robots UV (%)		40	50	60
E	Puissance ventilation IR (%)	40	60	80	Puissance extracteurs UV (%)		60	80	100
F	Nombre de fours IR	2	3	4	Vitesse d'avance UV (m/min)		1,2	1,6	2
G	Puissance refroidissement (m/min)	60	80	100	Puissance refroidissement (m/min)		60	80	100

Tableau 21: Les paramètres des cuissons IR et IR+UV étudiées chez Ecofia

Choix des programmes de fusion IR de la poudre à cuisson IR +UV :

- Programme 1 : Fusion faible, paramètres de l'étape IR réglés sur la modalité 1,
- Programme 2 : Fusion moyenne, paramètres de l'étape IR réglés sur la modalité 2,
- Programme 3 : Fusion importante, paramètres de l'étape IR réglés sur la modalité 3,

Il faut noter que les réglages sont faits de telle sorte que les puissances des lampes verticales et horizontales de chaque compartiment du four IR soient identiques.

Remarque 1 : Pour la zone IR, ne sont indiquées que les valeurs prises par le premier compartiment IR. Toutes les valeurs des compartiments IR ne sont pas équivalentes dans le fonctionnement normal de la chaîne de finition. En effet, les puissances des lampes IR1 sont de 5% supérieures à celles des lampes IR2 et de 10% supérieures à celles des lampes IR3 et IR4. Il est évident que dans notre plan d'expérience, une modification des valeurs pour IR1 implique une modification des compartiments 2, 3 et 4.

Remarque 2 : Pour des raisons techniques propres à l'installation, le paramètre D dans la cuisson IR+UV n'a finalement pas pu être étudié lors des expérimentations.

Les éprouvettes obtenues sont comparées entre elles après avoir caractérisé leur finition suite à la cuisson : épaisseur du feuil sec, résistance à l'arrachement par quadrillage, résistance à la rayure (NF EN 438-2 et XS/CEN 15186) ^{[123], [124]}, la résistance à l'acétone. Les taux de conversion des poudres cuites sont également évalués par FTIR.

Une caractérisation supplémentaire des éprouvettes est effectuée par une étude de la surface via la méthode visuelle artificielle en comparant les rugosités Ra après polymérisation des finitions. Il semble en effet évident que la rugosité des éprouvettes ne sera pas identique si la cuisson est lente ou brutale.

III.3 Techniques de caractérisation des finitions

III.3.1 Evaluation de la quantité de poudre fixée sur la pièce

Ces mesures sont nécessaires pour l'étude des paramètres du poudrage mais également pour l'étude de la cuisson et l'influence des substrats sur la qualité de la finition.

• **Le grammage de poudre :**

Cela consiste à calculer le gain de masse de la pièce entre son accrochage sur le rail de convoyage et sa sortie de la cabine de poudrage. Ce gain de masse doit correspondre à la quantité de poudre qui a été fixée sur le substrat, mais seulement si on prend en compte la perte d'eau ($x\%M_{initiale}$) liée au préchauffage de la pièce par les lampes IR (installation *Ecofia*).

On considère que ce pourcentage $x\%$ de perte de masse est constant pour toutes les pièces issues d'un matériau de même lot et stabilisées dans les mêmes conditions de température et d'humidité en la calculant avec une pièce identique sans poudrage.

Le calcul de la masse de poudre fixée s'établit ainsi : $M_{poudre} = M_{finale} - M_{préchauffage} = M_{finale} - (100-x)M_{initiale}/100$. Nous utilisons une balance de précision *Kern* (0,01 g près) pour peser nos échantillons.

Une fois la masse de poudre calculée, on mesure la surface totale des éprouvettes, puis la surface poudrée. On peut alors convertir la fixation de la poudre en g/m^2 .

• **L'épaisseur de feuil sec (NF EN ISO 2808) :**

La mesure de l'épaisseur du feuil sec s'effectue en 3 points supérieurs, 3 points médians et 3 points inférieurs de l'éprouvette à l'aide d'un micromètre inciseur *PIG 455*.

Ces mesures vont nous permettre d'optimiser les protocoles de poudrage pour obtenir certaines quantités de poudre. Les paramètres seront ajustés afin d'obtenir théoriquement une épaisseur de finition d'une centaine de microns. A ces fins, nous nous appuyons sur des études préalables réalisées sur différents MDF et pour lesquels la relation entre l'épaisseur du feuil final et le grammage de poudre a été établie (Figure 26).

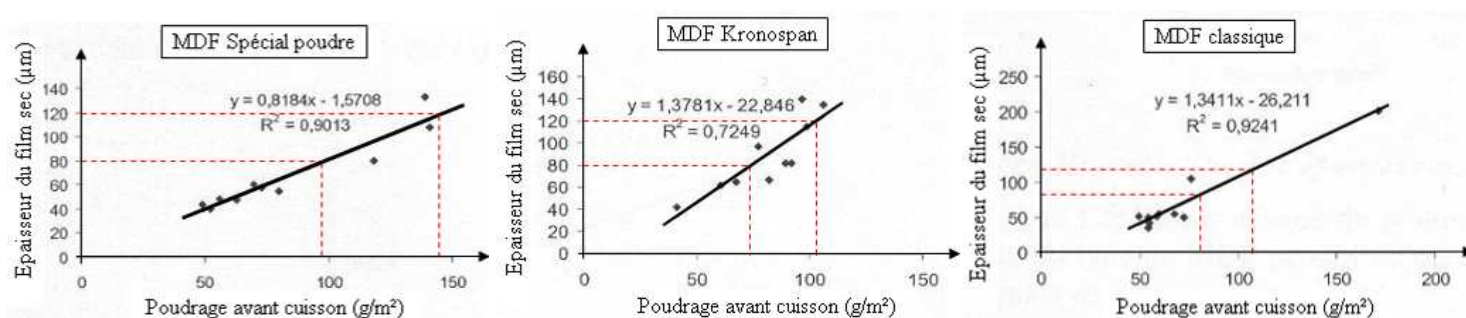


Figure 26: Relation entre poudrage avant cuisson et épaisseur de feuil final ^[125]

*spécial poudre : détermination du fabricant pour le marché du poudrage, caractéristiques inconnues

Pour chaque substrat : 3 éprouvettes sont utilisées pour mesurer le grammage de poudre et 3 autres pour mesurer l'épaisseur de feuil polymérisé.

III.3.2 Evaluation du taux de conversion par Spectroscopie InfraRouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Pour évaluer les taux de conversion des poudres cuites (cf. étude de la cuisson), nous réalisons une analyse des échantillons en FTIR. 5 µg de poudre brute ou « raclée » à partir du substrat et 150 µg environ de KBr anhydre sont mélangés. Ce mélange est ensuite broyé dans un mortier, puis pressé pour obtenir des pastilles prêtes à être analysées. Elles sont ensuite placées dans le spectromètre IR (Shimadzu) et l'acquisition peut débuter à l'aide d'un logiciel spécifique (IRsolution). La Figure 27 présente le matériel et les méthodes utilisées.

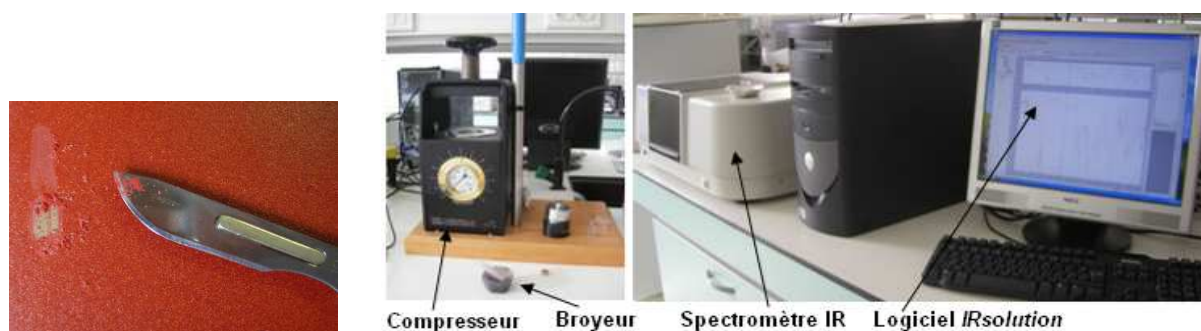


Figure 27: Méthodes de prélèvement, de compression de pastille et d'analyse FTIR

Une fois le spectre de chaque échantillon obtenu, nous pouvons choisir certaines bandes caractéristiques des résines mises en œuvre dans les finitions conformément à celles données dans le Tableau 22. Au final, seuls les pics qui évoluent et qui présentent la plus grande amplitude sont traités (par exemple pour la poudre 700LB, 1268 cm⁻¹ et à 1580 cm⁻¹).

Poudre	Bandes caractéristiques	Bande de référence
700LB vert 674	1268 et 874 cm ⁻¹ (époxy)	1580 cm-1 (polyester)
340UV blanc 657	1410 cm ⁻¹ (acrylate)	1580 cm-1
700LB gris RAL 7021	1268 et 874 cm ⁻¹ (époxy)	1580 cm-1
640UV rouge RAL 3020	1085 cm ⁻¹ (cyanate)	1643 cm-1 (acrylate)

Tableau 22: Bandes caractéristiques des résines en FTIR

• Méthode de calcul des taux de conversion TC :

Pour calculer le taux de conversion d'un échantillon t, nous utilisons la formule :

$$TC = \left[1 - \left(\frac{A_t}{A_0} \right) \times \left(\frac{A_{ref_0}}{A_{ref_t}} \right) \right] \times 100$$

Avec : A_t : aire de la bande caractéristique de l'échantillon t
 A₀ : aire de la bande caractéristique de l'échantillon brut* (*poudre sans cuisson)
 A_{ref_t} : aire de la bande de référence de l'échantillon t
 A_{ref₀} : aire de la bande de référence de l'échantillon brut

III.3.3 Evaluation de la rugosité de surface

Dans l'étude de l'influence du substrat sur la qualité de finition, nous avons évalué la rugosité de surface de la finition de manière subjective au toucher avec la main. Une cotation de 0 à 5 a été mise en place pour déterminer une rugosité très faible à une rugosité élevée.

Pour l'étude de la cuisson, l'analyse est réalisée grâce à un appareil de mesure de topographie à balayage, l'AltiSurf 500. L'appareil permet d'effectuer des mesures sans contact grâce à l'utilisation du capteur *AltiProbe Optic* qui mesure l'altitude d'un seul point à un instant donné. Le déplacement de l'objet est réalisé grâce au déplacement de la platine, ce qui permet de palper complètement la zone de mesure (Figure 28).

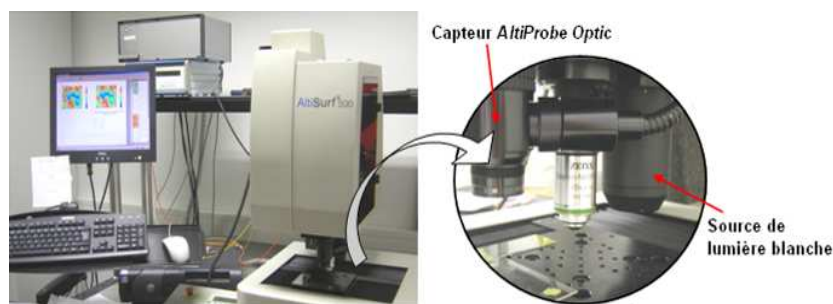


Figure 28: Montage et matériel pour la profilométrie

- **Conditions d'analyses :**

Pour chaque échantillon, on réalise une cartographie de la surface (1mm de côté) située au milieu des éprouvettes peintes (initialement de 200×300 mm de côté), puis on procède à une extraction de profils à partir des surfaces (3 profils par surface) (Figure 29). Les paramètres de l'analyse sont les suivants : surface de 1 mm², sonde de 350 nm, pas de 5µm, fréquence de 30 Hz (finitions UV) ou 100 Hz (finitions LB), vitesse de mesure de 100 µm/s, résolution de 200 points, longueur d'évaluation d'1 mm, longueur de base de 0,08 mm.

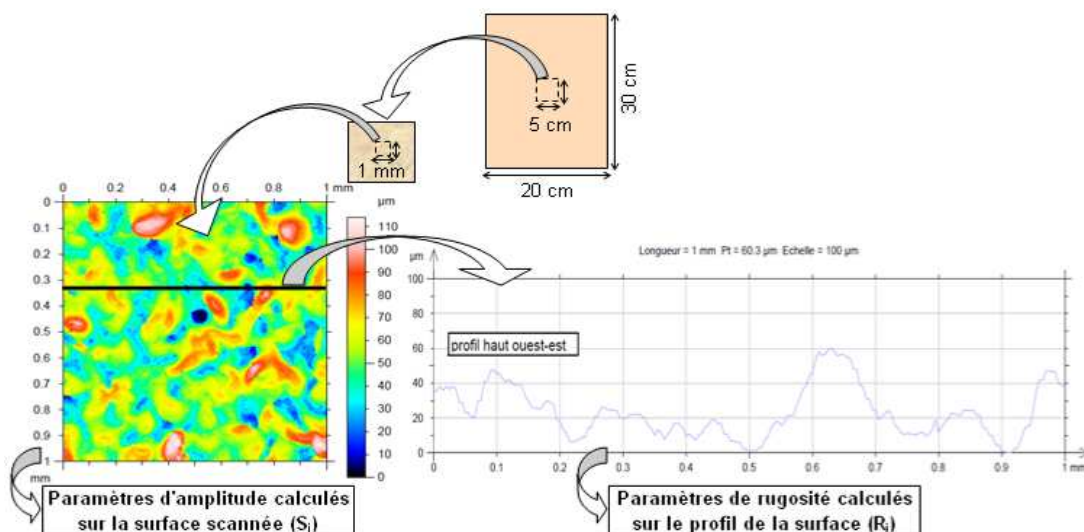


Figure 29: principe d'analyse en profilométrie

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Les paramètres d'amplitude sont définis par rapport à un plan moyen obtenu par redressement par le plan des moindres carrés de la surface mesurée, puis par centrage des altitudes autour de la moyenne de la cartographie en dégradé de couleur.

Les paramètres de rugosité sont déterminés par application d'un filtre gaussien (ou cut-off) de 0,08 mm. Ainsi, les longueurs d'onde inférieures à 0,08 mm correspondent à de la rugosité, alors que les longueurs d'onde supérieures à 0,08 mm correspondent à de l'ondulation. Les principaux facteurs de rugosité retenus sont les suivants :

- Ra : moyenne arithmétique des écarts à la moyenne (μm),
- Rt : hauteur totale du profil sur la longueur d'évaluation (μm),
- RSm : largeur moyenne des éléments du profil à l'intérieur d'une longueur de base (μm),
- Rc : hauteur moyenne des éléments du profil à l'intérieur d'une longueur de base (μm).

III.3.4 Autres caractéristiques

- **Adhérence du feuil par arrachement d'adhésif après quadrillage :**

Cette propriété de la finition est mesurée d'après l'essai présenté dans la norme NF EN ISO 2409. Il faut effectuer un quadrillage sur la finition grâce à un inciseur multi-lame. On applique ensuite un adhésif dont les caractéristiques sont précisées dans la norme avec une force constante. Il est ensuite arraché d'un coup sec, pour enfin évaluer les dégradations sur le feuil. Une échelle de détériorations (arrachement de particules de finition) traduite par cotation est décrite dans la norme (de 0 à 5 pour une adhérence de moins en moins bonne).

- **Résistance à l'acétone :**

Cet essai est décrit dans les normes NF EN 60 050 (13.2), NF EN 12720 ^{[120], [121]}. Il s'agit de frotter le feuil avec un chiffon imbibé d'acétone (10 aller-retour), puis d'observer son état de surface et de coter le résultat selon une échelle de dégradation décrite dans les normes.

Ce test permet, par ailleurs, d'avoir une idée du niveau de réticulation de la résine dans l'industrie et de vérifier si la dose IR ou UV est suffisante. Moins la surface est détériorée, plus le taux de réticulation est élevé.

IV. RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Etude du poudrage

Les résultats de cette étude se basent essentiellement sur des mesures de grammage de poudre et d'épaisseur de feuil sec.

IV.1.1 Répartition des essais selon le poudrage

Les premiers essais ont montré une large gamme de poudrage, puisque le grammage s'échelonne de 10 g/m² au minimum jusqu'à 311 g/m² au maximum, tous supports mélangés (cf. Annexes D2 et D3).

En effectuant un classement des différents essais selon 8 catégories de grammage (histogramme en Annexe D3) nous pouvons dire que chaque substrat a eu un comportement différent face au poudrage. En effet, plus le matériau est conducteur, plus les grammages sont élevés. Les calculs de moyenne ont confirmé cette tendance :

- MDF standard : 78 g/m² (avec une étendue de 14),
- MDF dense : 103 g/m² (avec une étendue de 16),
- MDF conducteur : 156 g/m² (avec une étendue de 20).

Dans les paragraphes suivants, chaque paramètre est étudié pour chaque substrat, le but n'étant pas de désigner le MDF qui donne les meilleurs résultats, sachant que les résultats industriels attendus en termes de grammage de poudre (donc d'épaisseur de finition) dépendent de données économiques et de la définition des usages définitifs des produits.

IV.1.2 Influence des paramètres de poudrage sur le grammage de poudre

• Résultats de l'influence des facteurs de poudrage sur le grammage :

Les Annexes D4, D5 et D6 résument les résultats du poudrage et des effets des facteurs sur le MDF conducteur, le MDF standard et le MDF dense. Le compte-rendu du criblage des essais de poudrage est disponible en Annexe D7 avec la représentation sous forme d'histogramme des rapports t de Lenth des facteurs et des interactions d'ordre 2 pour chacun des substrats étudiés.

Nous avons pu séparer les substrats en 2 groupes : le MDF conducteur et le MDF dense d'une part, le MDF standard d'autre part. En effet, les 2 premiers ont un comportement au poudrage très similaire, alors que le MDF standard n'a pas les mêmes propriétés.

La lecture des histogrammes a montré que les contre-électrodes des pistolets électrostatiques jouent un rôle extrêmement important sur la diminution de la quantité de poudre appliquée sur chacun des substrats étudiés (presque 3 fois plus d'importance que tous les autres paramètres).

La distance des pistolets par rapport aux pièces est le 2^{ème} facteur le plus influent sur la quantité de poudre appliquée. Plus elle augmente, plus la quantité de poudre chute.

Pour le MDF dense et le MDF conducteur, la tension électrique des pistolets a une influence assez importante sur la modification du taux de transfert de poudre. Plus elle augmente, plus le grammage augmente. En revanche, il semblerait que ce réglage des pistolets ne soit pas très important pour le MDF standard. En contrepartie, l'intensité du courant électrique qui a peu d'influence dans le cas des MDF conducteur et dense, en a pour le MDF standard. Si l'intensité augmente, le grammage de poudre a tendance à diminuer.

En ce qui concerne les débits d'air et de poudre, ils ont plus d'influence sur le MDF standard que sur les autres MDF. Dans l'ensemble, plus ils augmentent moins la quantité de poudre appliquée sur le substrat est importante. On peut alors penser que si les débits de poudre et d'air sont trop importants, la poudre ne se charge pas suffisamment dans le pistolet électrostatique ou qu'elle a une vitesse trop importante pour se déposer sur le support.

• Interactions entre facteurs :

Les interactions les plus fortes sur le poudrage des MDF dense et conducteur sont celles entre le nombre de contre-électrodes et la tension du champ électrique dans les pistolets corona (X7X3) et celle entre le nombre de contre-électrodes et la distance des pistolets vis-à-vis du support (X7X6). Cela n'est pas étonnant car l'analyse des résultats du criblage se base sur l'hypothèse que si 2 contrastes sont forts, leur interaction peut l'être également et inversement pour des contrastes faibles ^[113]. Cependant, on remarque également une interaction significative entre le débit de poudre et l'intensité du courant électrique (X1X2), puis entre la vitesse de balayage des pistolets et l'intensité (X5X2), alors que ces 3 facteurs n'ont qu'une influence faible sur l'évolution du grammage de poudre. Ceci montre bien que les hypothèses faites ne sont pas absolues.

Les interactions les plus fortes sur le poudrage du MDF standard sont celles entre le nombre de contre-électrodes et la tension du champ électrique (X7X3), le nombre de contre-électrodes et la distance des pistolets vis-à-vis du support (X7X6), entre le nombre de contre-électrodes et la vitesse de balayage des pistolets (X7X5), la vitesse de balayage des pistolets et leur distance (X5X6), le nombre de contre-électrodes et le débit de poudre (X7X1) et enfin le débit de poudre et la vitesse de balayage des pistolets (X1X5). Encore une fois, elles font intervenir des contrastes forts qui ont une forte influence sur le grammage de poudre. Ces interactions sont donc à prendre en compte dans le modèle global.

• Conclusion sur les facteurs les plus influents du poudrage :

Le Tableau 23 présenté à la page suivante fait le récapitulatif de l'influence des facteurs principaux du poudrage sur le grammage de poudre pour chaque substrat.

Type de support	Paramètres de poudrage						
	Débit de poudre (g/min)	Intensité (μA)	Tension (kV)	Débit d'air (Nm ³ /h)	Vitesse des pistolets (%)	Distance des pistolets (cm)	Nombre de contre-électrodes
MDF conducteur	+	- +	++	- +	++	++	+++
MDF standard	+++	++	- +	+	++	++	+++
MDF dense	++	- +	++	++	++	+	+++

Tableau 23: Importance des facteurs de poudrage sur le grammage de poudre

La tension du courant électrostatique semble avoir bien plus d'influence lorsque le substrat est dense et conducteur. Le grammage augmente lorsque la tension augmente. Cela a été montré par Mazumder et ses collaborateurs en 1997 [126].

L'intensité du courant électrique semble avoir plus d'importance sur la quantité de poudre fixée lorsque le substrat est poreux. Cependant, il semblerait que la variation du grammage ait tendance à suivre celle observée lorsqu'on modifie la tension ; résultat somme toute assez logique puisque l'intensité et la tension du courant électrique sont liées physiquement.

Le nombre de contre-électrode est très influent ; le grammage baisse quand il augmente.

La vitesse des pistolets : 21% de la vitesse maximale semble être une vitesse optimale. Au-delà ou en deçà, la quantité de poudre qui se fixe au substrat diminue.

Il faut trouver un juste milieu en termes de distance des pistolets : s'ils sont trop près, la poudre rebondit sur le substrat sans se fixer ; s'ils sont trop loin, elle n'atteint pas le substrat et ne se fixe pas.

Un débit de poudre relativement faible (10 g/min) conduit à un grammage assez important. Si le débit de poudre est trop grand, elle ne se fixe pas bien soit parce que les particules ne peuvent pas toutes se charger correctement, soit parce qu'elles se repoussent et ne se fixent plus au substrat, soit parce qu'elles rebondissent sur le substrat.

En ce qui concerne le débit d'air, s'il est trop faible, la fixation de poudre devient faible, s'il est trop fort par rapport au débit de poudre, la concentration en poudre devient trop faible et le grammage diminue. Si le substrat est poreux, il faut que le débit d'air soit plus fort pour obtenir le même grammage qu'avec un substrat plus dense.

IV.1.3 Vérification de la pertinence des résultats par maximisation du grammage de poudre

Pour vérifier que les résultats obtenus grâce à cette série d'essais sont pertinents, nous avons contrôlé que l'application des modalités de facteurs qui donnent les grammages de

poudre les plus élevés théoriquement donnent effectivement les valeurs les plus grandes, du moins aussi élevées (voire plus) que celles déjà obtenues avec les essais Taguchi.

La figure en fin d'Annexe D7 représente l'évolution du rapport t de Lenth pour chaque modalité de facteur de poudrage et pour chaque MDF. Un rapport t de Lenth positif le plus élevé possible signifie que le grammage de poudre est le plus élevé possible. Les conditions de maximisation du grammage de poudre sont récapitulées dans le Tableau 24.

Paramètres de poudrage							
Type de support	Débit de poudre (g/min)	Intensité (µA)	Tension (kV)	Débit d'air (Nm ³ /h)	Vitesse des pistolets (%)	Distance des pistolets (cm)	Nombre de contre-électrodes
MDF conducteur	A3= 30	B2= 30	C3= 70	D3= 4,5	E2= 21	F2= 15	G1= 0
MDF standard	A1= 10	B1= 10	C1= 40	D1= 3,5	E1= 11	F1= 10	G1= 0
MDF dense	A1= 10	B1= 10	C3= 70	D3= 4,5	E1= 11	F2= 15	G1= 0

Tableau 24: Paramètres de poudrage qui permettent d'obtenir le grammage théorique maximal

L'ensemble des résultats est disponible dans les Annexes E1, E2 et E3. Pour tous les substrats, nous pouvons dire que les résultats sont satisfaisants puisqu'ils correspondent en majorité aux essais de la table Taguchi qui ont permis l'obtention des grammages de poudre les plus importants, avec des facteurs de poudrage les plus influents relativement figés.

IV.1.4 Optimisation des facteurs de poudrage et adaptation à différents substrats

Afin de tester une combinaison de paramètres adaptée aux différents substrats, il est nécessaire de connaître la relation entre le grammage de poudre fixée sur le substrat et l'épaisseur de feuil.

• Relation entre grammage de poudre et épaisseur de feuil sec :

Pour établir les variations qui relient le grammage de poudre et l'épaisseur de finitions, nous nous sommes placés dans des conditions de préchauffage et de cuisson constantes (cf. Annexe F1). Nous avons choisi d'effectuer à nouveau 5 expériences de la table Taguchi qui permettent d'obtenir des poudrages de 80 à 140 g/m² environ (essais n°23, 2, 15, 22 et 1) sur du MDF dense (pour raisons techniques).

Les essais ont ensuite été réalisés sur 3 éprouvettes poudrées et polymérisées, dont on a mesuré l'épaisseur de feuil sec en 3 points différents (à 4 cm du haut, au milieu et à 4 cm du bas de l'éprouvette). Les résultats moyens sont donnés dans l'Annexe F2 et sur la Figure 30.

Remarque 1 : L'évolution de l'épaisseur du feuil se fait de manière linéaire par rapport à la quantité de poudre fixée au substrat entre 90 et 125 g/m². Après, si le grammage augmente, l'épaisseur de finition décroît de manière assez brutale. Ceci n'a pas de raison technique.

Aussi, nous pensons que ce résultat est dû à une erreur dans la détermination de la masse de poudre déposée l'essai n°1 de la Table de Taguchi qui serait bien inférieure à 140 g/m².

Remarque 2 : Il semble que les épaisseurs de finition évoluent de manière similaire en haut et au milieu de l'éprouvette avec les variations de grammage de poudre. Pour la position basse, l'épaisseur de finition augmente plus avec la même augmentation du grammage de poudre. Ceci est sans doute dû à un effet de pesanteur et à la ventilation de la cabine de poudrage, qui aspire l'air et les particules dans le sens vertical du haut vers le bas.

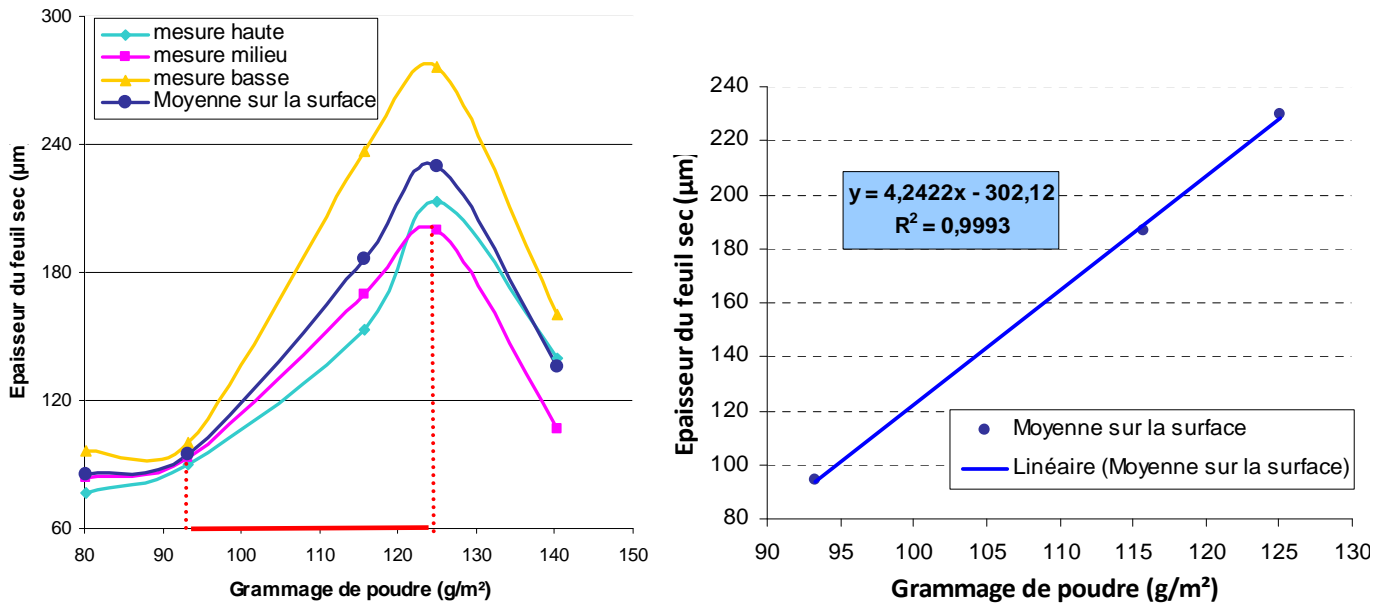


Figure 30: Relation entre grammage et épaisseur de finition (MDF dense) et zoom sur la partie linéaire

• **Préconisation des paramètres du poudrage pour 100 µm d'épaisseur :**

Il s'agit de déterminer la quantité de poudre à déposer sur chaque substrat afin d'obtenir une épaisseur de feuil proche de 100 µm (épaisseur moyenne requise dans l'industrie). La Figure 30 indique que pour obtenir une telle épaisseur, il faut appliquer environ 95 g/m² de poudre sur le MDF dense (valeur moyenne centrale). En ce qui concerne les substrats tels que le MDF conducteur et le multipli, nous étudions en premier les mêmes paramètres que pour le MDF dense, que nous modifions ensuite pour obtenir l'épaisseur optimale. Pour le MDF standard, qui semble recevoir plus difficilement la poudre, nous choisissons les valeurs des paramètres qui donnent un grammage de 100 g/m² (cf. Annexes F3, F4, F5 et F6). La fonction « profileur de prévision » du logiciel statistique, nous a permis de d'établir le Tableau 25.

Dans le cas où l'application des paramètres choisis n'a pas permis d'obtenir les résultats escomptés, des essais supplémentaires ont été effectués en modifiant petit à petit les valeurs des facteurs (cf. Annexe F6) pour converger vers la valeur visée.

Paramètres de poudrage pour un grammage optimal		
	MDF dense : 95g/m ²	MDF standard : 100g/m ²
X1 : Débit de poudre (g/min)	A2= 30	A2= 30
X2 : Intensité (μA)	B3= 50	B1= 10
X3 : Tension (kV)	C2= 55	C2= 55
X4 : Débit d'air (Nm ³ /h)	D2= 4	D1= 3,5
X5 : Vitesse des pistolets (%)	E2= 21	E1= 11
X6 : Distance des pistolets (cm)	F2= 15	F1= 10
X7 : Nombre de contre-électrodes	G2= 4	G2= 4

Tableau 25: Paramètres de poudrage permettant l'obtention théorique de 100 μm de finition

• Confrontation des résultats théoriques :

Pour chaque combinaison de paramètres, le grammage de poudre a été mesuré ainsi que l'épaisseur de feuil sec en haut et au milieu de l'éprouvette (moyenne sur 2 éprouvettes) (cf. Figure 31).

Il semble que l'on peut séparer les substrats en 2 catégories : le MDF standard et le panneau de multipli même si les tracés évoluent de manière différente d'une part et les MDF conducteur et dense qui semblent se comporter de manière similaire d'autre part.

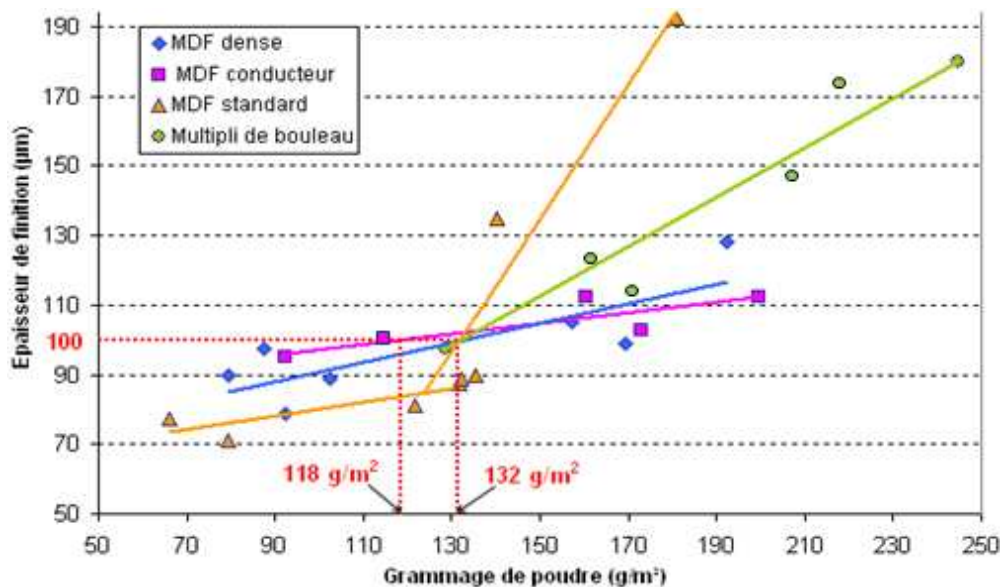


Figure 31: Relation grammage de poudre/épaisseur de finition (mesures hautes et du milieu)

Pour le MDF dense, nous n'obtenons pas exactement les mêmes résultats que ceux de la Figure 30. En effet, nous pouvons observer que pour des grammages voisins de 95 g/m², l'épaisseur de finition n'a pas atteint les 100 μm. Nous avons dû modifier les paramètres pour obtenir plus d'épaisseur. En effet, le graphique montre que le grammage correspondant à une épaisseur de feuil sec de 100 μm est de 132 g/m² environ. Cette différence est sans doute due au fait que dans cette 2ème expérience, les combinaisons de paramètres étaient toutes différentes de celles de la table de Taguchi. Il faut un grammage équivalent à appliquer sur des éprouvettes de multipli de bouleau pour obtenir une centaine de microns.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Le comportement du MDF conducteur par rapport au poudrage est donc proche de celui du MDF dense, mais avec une augmentation de l'épaisseur du feuil un peu plus faible que celle du MDF dense lorsque le grammage de poudre s'accroît. Pour obtenir 100 μm , seulement 118 g/m^2 de poudre suffisent, ce qui représente environ 14 g/m^2 de moins que pour le MDF dense. D'après la Figure 31, il semblerait qu'il soit facile d'obtenir un grammage assez constant sur du MDF conducteur. Cela confirme bien le fait que ce type de substrat est particulièrement adapté au procédé de poudrage.

Pour le MDF standard, il faut également un grammage d'environ 132 g/m^2 pour obtenir une épaisseur de feuil de 100 μm . Les pentes des courbes du MDF standard et du multipli étant relativement élevées, nous pouvons penser que ce sont deux substrats pour lesquels le poudrage est difficile à contrôler. En effet, si le grammage de poudre est légèrement modifié, alors l'épaisseur de feuil final est fortement augmentée. La très forte porosité de ces matériaux par rapport aux autres substrats est sans doute l'une des causes de ce comportement.

On peut noter également qu'il est important d'obtenir un grammage de poudre relativement contrôlé à environ 100 μm sur les multiplis car une surépaisseur de feuil entraîne facilement un cloquage du revêtement. En effet, si trop de poudre est appliquée sur les éprouvettes de ce substrat, alors l'air compris dans les porosités a plus de mal à s'échapper pendant la période de fusion de la poudre et la finition ne peut pas être lisse.

• Paramètres optimaux pour une épaisseur de 100 μm :

Avec le logiciel, nous pouvons préconiser la combinaison de paramètres optimale suivant la réponse souhaitée. Nous avons d'abord effectué une simulation sans aucune contrainte sur les facteurs (Annexe G1). Cependant, pour éviter de changer trop de paramètres lors de la production, nous en avons fixé quelques uns : distance des pistolets à 15 cm, nombre de contre-électrodes à 8 (maximum) car nous avons vu que moins il y a de contre-électrodes sur les pistolets de poudrage, plus la quantité de poudre qui se fixe au substrat est importante. Or, pour les MDF dense et conducteur, sans les contre-électrodes, la quantité de poudre devient vraiment excessive et cause des problèmes lors de la cuisson. Les nouvelles préconisations du logiciel avec ces facteurs fixes sont présentées en Annexe G2. Il s'est avéré qu'avec ces paramètres fixés, la quantité de poudre est trop peu importante sur le MDF dense (107 g/m^2). Par ailleurs, la désirabilité a énormément diminué (de 0,99 à $9,7 \cdot 10^{-10}$). Pour ce panneau, il faut donc absolument enlever les contre-électrodes pour augmenter le dépôt de poudre.

Pour le MDF standard, l'intensité du courant électrique peut être abaissée afin d'appliquer un peu plus de poudre puisque celui-ci fixe moins bien la poudre et que le nombre

de contre-électrodes est à son maximum. De la même façon, l'intensité et la tension du courant électrique sont augmentées dans le cas du multipli car même si ce substrat est plus conducteur que du MDF standard, il est nécessaire d'apporter assez de poudre pour boucher les pores.

L'ensemble des essais réalisés pour vérifier les paramètres optimaux pour chaque substrat est disponible dans l'Annexe H1 (MDF conducteur), l'Annexe H2 (MDF standard) et l'Annexe H3 (MDF dense). Pour le multipli de bouleau, nous avons testé des combinaisons de paramètres pas à pas depuis les conditions optimales du MDF standard, puisque nous avons vu que ces 2 substrats avaient un comportement similaire vis-à-vis du grammage de poudre. Les tests réalisés pour connaître le poudrage optimal sur le multipli sont présentés en Annexe H4.

Le Tableau 26 est un récapitulatif des combinaisons des paramètres qui permettent d'obtenir une épaisseur de finition optimale de 100 µm.

Paramètres de poudrage pour ~100µm	Type de support			
	MDF conducteur	MDF dense	MDF standard	Multipli bouleau
Débit de poudre (g/min)	10	15 - 20	10	15
Intensité (µA)	25-30	50	10	27
Tension (kV)	40	40	40	40
Débit d'air (Nm ³ /h)	4 - 4,5	3,5	3,5	3
Vitesse des pistolets (%)	21	11	11	21
Distance des pistolets (cm)	15	15	15	15
Nombre de contre-électrodes	8	0	8	0
Epaisseur moyenne de peinture (µm)	102	103	97	101

Tableau 26: Les combinaisons des paramètres de poudrage optimales pour 100 µm de finition

Les résultats obtenus sont encourageants puisque sur les trois types de MDF et le multipli de bouleau, nous obtenons une épaisseur de feuil très proche de 100 µm.

IV.1.5 Vérification des paramètres de poudrage optimaux sur d'autres poudres

Puisque les combinaisons de paramètres idéales ont été obtenues pour la poudre 700LB vert (notre référence) à polymérisation sous rayonnement IR, nous vérifions qu'elles sont valables pour la majorité des couleurs, ainsi que pour des finitions polymérisant sous UV.

• Analyse des résultats :

L'ensemble des valeurs obtenues en termes d'épaisseur de finition est disponible en Annexe I. Les résultats par substrat et par type de poudre sont donnés dans le Tableau 27.

Nous pouvons faire une distinction entre les couleurs claires et les couleurs foncées. Tout d'abord sur le MDF dense, avec les couleurs foncées (rose fuchsia et marron), on obtient une épaisseur de peinture équivalente à celle obtenue avec la couleur verte de référence, alors que les épaisseurs obtenues pour les couleurs plus claires sont nettement inférieures (en moyenne

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

entre 75 et 80 μm), d'autant plus avec le bleu (25 μm). Ce phénomène est renforcé par l'observation qui a été faite sur les finitions cuites : les couleurs les plus claires ne couvrent pas suffisamment le substrat, exception faite de notre référence (cf. Figure 32).

Type de poudre	MDF dense		Multipli bouleau		
	Épaisseur globale (μm)	Épaisseur (haut+milieu) (μm)	Épaisseur globale (μm)	Épaisseur (haut+milieu) (μm)	
Interpon 700LB (époxy-polyester)	Vert (FK352F, vert 674)*	114	103	98	101
	Jaune (FE351F, jaune 340)	82	75	75	70
	Mauve (FH351F, violet 86)	95	79	96	97
	Bleu (FJ352F, bleu 904)	28	25		
	Rose fuchsia (FH352F, violet 99)	130	102	143	124
	Orange (FF350F, orange 217)	95	90		
	Marron (FW304F, brun 704 MET)	119	101	161	142
Interpon 340UV (polyester insaturé)	Vernis (9Z350F, vernis)	178	152	129	109
	Gris (9L350F, gris 658)	129	109		
	Marron (9M351F, RAL 8019)	117	93		

Tableau 27: Résultats des épaisseurs de film polymérisé par couleur (* : référence)

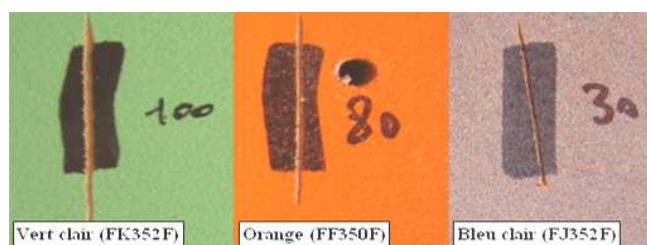


Figure 32: Différences d'épaisseur de peinture en relation avec la poudre utilisée

Puisqu'il n'y a pas de perte de masse entre le dépôt de poudre sur le substrat et la polymérisation, cela indique que moins de poudre se fixe sur le subjectile lors de l'application des poudres claires. Nous proposons deux raisons qui peuvent sans doute s'additionner :

- les particules des poudres les plus claires sont plus fines (mais peu probable),
- la composition chimique de ces dernières est différente.

Ces deux aspects sont susceptibles de modifier le comportement des particules claires en termes de fluidité, lors de leur chargement électrique et également lors de leur dépôt sur le substrat. Il faut donc penser à augmenter le débit de poudre, l'intensité et la tension du courant électrique lorsqu'on souhaite utiliser des couleurs telles que le jaune et le bleu.

Par ailleurs, les résultats obtenus pour le multipli sont généralement toujours très éloignés de ceux obtenus avec la couleur de référence (exception faite du mauve). En effet, pour les couleurs foncées, l'épaisseur de finition est très augmentée, alors que pour le jaune, elle est abaissée.

• **Corrélation avec les propriétés physiques des poudres :**

La taille moyenne des particules de poudre (d_{50}) et une faible distribution jouent un rôle important dans le procédé de finition car elles déterminent le taux de transfert de la poudre ainsi que l'apparence finale de la finition. Selon Yanagida et ses collaborateurs, pour obtenir une haute qualité de finition, un diamètre de 10 μm est préconisé ^[127] (meilleure uniformité de la couche de poudre déposée ^[126]). Cependant, les petites particules entraînent une épaisseur de feuil sec relativement faible puisqu'elles se fixent moins bien sur les substrats (ont une faible inertie, une faible fluidisation et sont plus cohésives entre elles). D'autre part, c'est pour conserver une faible dispersion de la taille des particules que les cyclones sont mis en place.

Par ailleurs, des poudres ayant une distribution de la taille de leurs particules similaires peuvent avoir des fluidités totalement différentes, du fait des différences de leur composition chimique et des traitements de surface ^{[127], [128]}.

En outre, les poudres qui ont une résistivité inférieure à $10^{10} \Omega\text{m}$ sont considérées comme conductrices et sont susceptibles de perdre leur charge acquise en contact avec des pièces métalliques ou d'être refoulées au moment de la fixation au substrat ^[67] (inversion de charge par conduction dans le champ électrique par les forces de Coulomb).

A la vue du Tableau 11, la majorité des particules de poudres utilisées ont un diamètre global compris entre 10 et 75 μm . Le diamètre médian de celles à polymérisation thermique est compris entre 40 et 54 μm et est plus élevé que celui des poudres à polymérisation sous rayonnement UV (surtout par rapport au vernis et au blanc qui ont des diamètres compris entre 30 et 40 μm).

La peinture jaune a effectivement un diamètre médian des particules inférieur à ce que nous observons pour le vert, ce qui peut justifier le fait que l'épaisseur obtenue avec cette poudre soit moins importante. Cependant, 2 résultats incohérents apparaissent : 1) la peinture mauve, qui est claire également, n'a pas permis d'obtenir une épaisseur de finition suffisante, alors que le diamètre médian de ses particules est bien plus élevé que celui de la peinture verte. 2) la poudre orange qui a un diamètre moyen de particules très proche du jaune donne de bons résultats en termes d'épaisseur de feuil sec. Dans ces cas de figure, le comportement différent des poudres doit être dû à un autre facteur tel que leur composition chimique. Malheureusement, ces données ne sont pas disponibles car gardées confidentielles par le fournisseur.

Malgré le fait que les particules des peintures UV sont plus petites que celles de la peinture verte de référence, le poudrage a permis l'obtention d'épaisseur de finition proches de

100 μm , excepté pour le vernis. Pour ce dernier type de poudre, il faut que les paramètres de poudrage soient encore précisés pour obtenir une épaisseur de finition inférieure. De plus, la chimie des vernis étant différente (pas de pigment), cela peut également jouer un rôle sur leur comportement au poudrage.

IV.1.6 Influence de l'accrochage des pièces

Par ailleurs, il s'avère que la répartition de la poudre est modifiée selon la distance qui sépare les crochets métalliques permettant l'accrochage des pièces sur le rail convoyeur. Ce phénomène d'accroissement de la conductivité autour des points d'accroche est normal étant donné que la différence de potentiel nécessaire entre la surface du support et les particules de poudre chargées vient du fait que la pièce est reliée à la terre par l'intermédiaire des crochets.

Cependant, nous avons pu montrer grâce à une étude de l'accrochage des pièces (Annexe J) que cela dépend beaucoup de la dimension des éprouvettes, plus que de la nature du substrat, de l'accrochage sur chant/face ou de la nature de la poudre.

IV.2 Influence du substrat

IV.2.1 Etude du poudrage de bois massifs (CrittBois)

- **Résultats grammage de poudre-épaisseur finition :**

Le graphique mettant en relation le grammage de poudre en fonction des essences de bois massif (Figure 33) montre que la quantité de poudre appliquée la plus importante est obtenue sur le sapin, alors que la moins importante est observée sur le châtaignier. En ce qui concerne les bois tropicaux, les grammages sont assez importants comparés à ceux sur bois tempérés. De manière générale, les essences résineuses présentent également un grammage plus élevé que celui pour les feuillus.

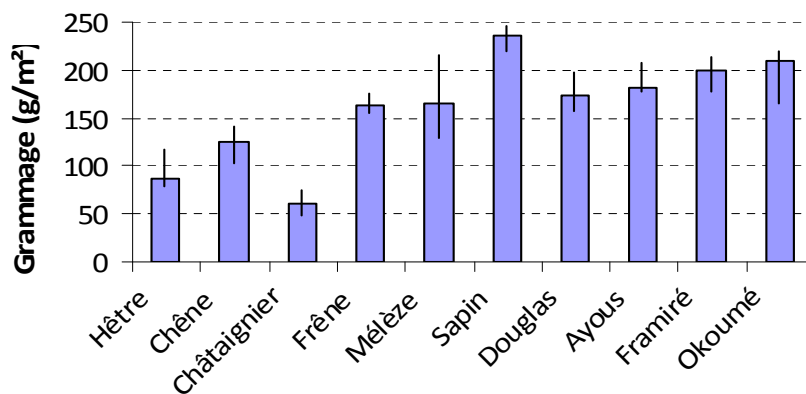


Figure 33: Grammage de poudre selon les essences de bois massif

• **Influence du contenu minéral des matériaux sur la conductivité électrique :**

Hormis les différences de densité qu'il peut y avoir entre chaque essence, le fait que certains substrats sont plus riches en atomes métalliques de transition (même si le contenu minéral est inférieur à 0,5 % dans la plupart des cas ^[117], sauf pour les bois contenant de grandes quantités de silice), pourrait être à l'origine d'une plus grande conductivité électrique et favoriserait alors un grammage de poudre supérieur ^[116]. Il est donc possible que dans les bois riches en Fe, Cu, Zn, Mn, ces atomes aient une influence sur la capacité de l'essence à être poudrée.

Le Tableau 28 contient quelques données sur la proportion de certains composés inorganiques contenus dans différentes essences de bois. Même si les données de cette littérature ne concernent pas exactement les essences locales testées (il s'agit de bois américains), elles présentent des renseignements qui donnent une bonne idée de la composition des grandes espèces étudiées. Effectivement, le sapin et l'épicéa contiendraient plus d'atomes métalliques que les autres.

Essence	Mn (ppm)	Fe (ppm)	Cu (ppm)	Zn (ppm)	Total (ppm)
Sapin (<i>Abies balsamea</i>)	130	13	17	11	171
Pin (<i>Pinus strobes L.</i>)	30	10	5	11	56
Epicéa (<i>Picea rubens</i>)	140	14	4	8	166
Bouleau (<i>Betula papyrifera</i>)	30	10	4	28	72
Peuplier (<i>Populus tremuloides</i>)	30	12	7	17	66
Chêne (<i>Quercus alba L.</i>)	10	30	73	38	151

Tableau 28: Proportions de quelques composés inorganiques de différentes essences de bois ^[116]

Il s'avère également qu'il y a plus de composés inorganiques dans le bois de printemps que dans le bois d'été. Si ces molécules ont un effet positif sur la conductivité électrique, alors les essences de forte texture doivent favoriser le poudrage.

Par ailleurs, il a été montré par des extractions sur de nombreuses essences provenant de diverses régions du monde que les bois de résineux contiennent généralement plus d'extractibles dans leur paroi cellulaire que les feuillus ^[117]. Ceci pourrait être mis en relation avec leur meilleure conductivité électrique vis à vis du poudrage, même si, à notre connaissance aucune étude ne l'a encore montré. Cette hypothèse mériterait d'être vérifiée, mais cela sort du cadre de la thèse.

Le Tableau 29, qui regroupe des données bibliographiques sur la proportion d'extractibles dans les essences testées, montre cependant que certaines essences feuillues (le frêne, le peuplier, le tilleul et le chêne essentiellement) sont assez fortement pourvues en extractibles. Mais ces essences se sont beaucoup moins bien comportées vis-à-vis du poudrage car le grammage final reste inférieur à celui obtenu pour les résineux et les bois tropicaux. Cela

peut signifier que ce n'est pas la quantité globale d'extractibles qui jouerait un rôle dans la conductivité électrique du bois, mais plutôt une catégorie particulière d'extractibles.

Le Tableau 29 montre effectivement que certaines essences comme le tilleul, le pin, le douglas et l'épicéa sont celles pour lesquelles la quantité d'extractibles lipophiles (extraction par l'éther de pétrole) est la plus importante ; or ce sont pour ces essences que le grammage a été le plus élevé. Cela pourrait donc aller dans le sens que c'est la quantité d'extractibles hydrophobes qui oriente la conductivité électrostatique du bois.

Essence	Solubilité des extractibles (%)				Total (%)	Grammage (g/m ²)
	Soude à 1%	Eau chaude	Ethanol-Toluène	Ether de pétrole		
Sapin (<i>Abies balsamea</i>)	11	4	3	1	19	235
Pin (<i>Pinus sylvestris</i>)	–	1	–	1,6		
Epicéa (<i>Picea glauca</i>)	12	3	2	1,1	18,1	
Douglas (<i>Pseudotsuga</i>)	13	4	4	1,3	22,3	174
Mélèze (<i>Larix occidentalis</i>)	16	6	2	0,8	24,8	165
Bouleau (<i>Betula papyrifera</i>)	17	2	3	1,4	23,4	
Frêne (<i>Fraxinus americana</i>)	16	7	5	0,5	28,5	
Hêtre (<i>Fagus grandifolia</i>)	14	2	2	0,8	18,8	87
Peuplier (<i>Populus alba</i>)	20	4	5	0,9	29,9	
Tilleul (<i>Tilia heterophylla</i>)	20	2	4	2,1	28,1	
Chêne (<i>Quercus alba</i>)	19	6	3	0,5	28,5	126

Tableau 29: Données sur la proportion des extractibles contenus dans différentes essences ^{[116], [117]}

• Résultats concernant l'état de surface de la finition après cuisson :

A la sortie des éléments de cuisson, nous avons observé l'état de surface des finitions et notamment évalué la présence de bullage et ses caractéristiques (Figure 34 et Tableau 30).

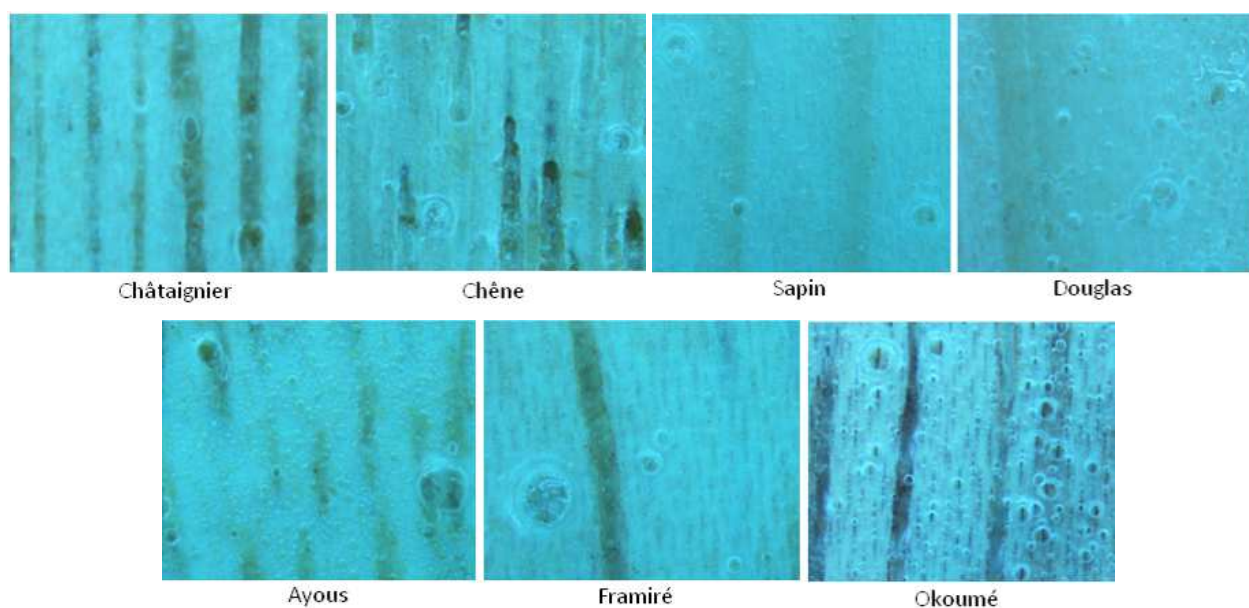


Figure 34: Clichés du bullage présent sur le vernis après cuisson

On observe un bullage particulièrement présent pour les bois de résineux comparé aux autres essences feuillues. Ceci est peut être dû à la forte volatilité des composants des résines et

des cires (extraits par l'éther de pétrole), essentiellement les terpènes qui s'évaporent durant la cuisson de la poudre.

Essence	Caractéristiques du bullage
<i>Hêtre</i>	Pratiquement pas de bullage
<i>Chêne, Châtaignier</i>	Bullage fin, uniformément réparti
<i>Frêne, Sapin</i>	Bullage présent essentiellement au niveau des gros pores
<i>Mélèze, Douglas</i>	Bullage très fin, uniformément réparti
<i>Ayous, Framiré</i>	Bullage ponctuel et grossier
<i>Okoumé</i>	Bullage important, uniformément réparti

Tableau 30: Caractéristiques du bullage sur le vernis cuit en fonction des essences

Une étude visant à quantifier et comparer les émissions de COV de sapin blanc séché à l'air libre et ayant subi un traitement thermique a pu montrer que les terpènes représentent le groupe de COV le plus important pour le bois séché naturellement à hauteur de 71,6 % des émissions totales et que ce taux chute considérablement lorsque le bois a séché thermiquement à 9,69 % des COV totaux ^[129]. Cela montre donc la grande volatilité de ces molécules et le rôle qu'elles peuvent avoir dans le dégazage du bois lors de la cuisson de la poudre. Pour les bois tropicaux, le bullage est encore plus marqué avec des tailles de cloques plus importantes que pour les autres essences et aussi une répartition relativement homogène sur toute la surface des éprouvettes, surtout pour l'okoumé.

Ajustement de la cuisson pour améliorer l'état de surface :

Il s'avère qu'une grande partie du bullage est due à une surchauffe de la finition et du substrat dans la zone IR. Il est donc intéressant de diminuer le temps passé dans la zone IR au maximum pour éviter un dégazage trop important du bois, sans toutefois empêcher la fusion complète de la poudre (surtout pour les poudres à polymérisation IR). Nous avons donc fait plusieurs tests pour finalement établir que nous pouvions traiter les éprouvettes dans la zone IR pendant un temps minimum de 18 s, soit 4 m/min.

De façon générale, nous avons pu observer une amélioration de l'état de surface pour les essences feuillues tempérées. Pour les essences tropicales, il reste un bullage, même en diminuant le temps passé dans la zone IR. Et nous rencontrons encore quelques difficultés avec le mélèze et le sapin qui présentent toujours un bullage, même extrêmement fin.

Remarque : le matériel du *Critt Bois* est limité en nombre de modalités par facteur. Nous ne pouvons notamment pas contrôler la température dans la zone IR et une intensité inférieure à 1,51 W/cm n'est pas disponible. Nous pensons donc qu'il serait envisageable d'améliorer encore les états de surface avec un matériel plus sophistiqué.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Il serait également possible d'améliorer l'état de surface en ayant recours à un préchauffage des éprouvettes avant poudrage et cuisson du vernis.

Nous avons réalisé une analyse en tomographie RX (matériel décrit précisément dans le chapitre 2) afin de visualiser les différences anatomiques des bois pour tenter de les mettre en relation avec la qualité de finition. Des images en 2D de quelques essences étudiées sont présentées sur la Figure 35.

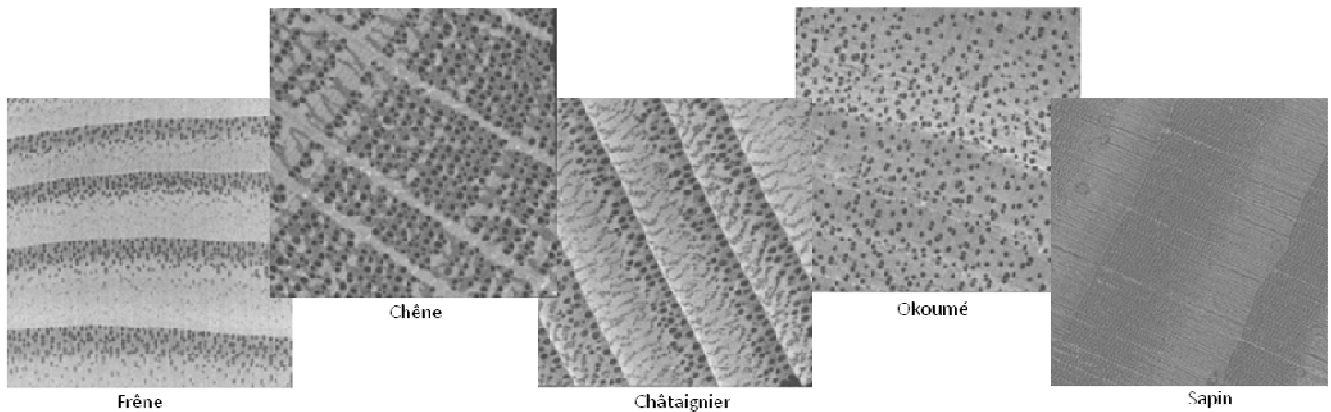


Figure 35: Images 2D issues du tomographe RX de plans transversaux de bois massifs

L'observation de ces images montre de gros pores diffus pour les bois tropicaux (surtout pour l'okoumé), ce qui peut être la cause d'un dégazage relativement important, donc un bullage important également et uniformément réparti. Nous voyons également que le bois de printemps et le bois d'été sont bien délimités pour les essences tempérées, avec beaucoup de bois final pour le hêtre et le châtaignier, ce qui est à l'origine d'une densité plus importante, d'une porosité plus fine, ce qui engendrerait un bullage plus fin et essentiellement visible au niveau des gros pores. Par contre, pour le chêne, qui possède une zone initiale poreuse plus importante que les autres bois de feuillus tempérés, le bullage uniformément réparti pourrait résulter d'un dégazage plus conséquent au niveau de ces gros pores. Enfin, pour les bois d'essences résineuses, le diamètre des pores est plus petit et la densité est inférieure ; c'est pour cette raison, entre autres, que le bullage de la finition reste extrêmement fin et présent essentiellement au niveau du bois de printemps (sauf pour le mélèze, pour lequel il est uniformément réparti).

• Résultats concernant l'adhérence du vernis au substrat :

Un essai d'arrachement de ruban adhésif (NF EN 2409) sur le vernis a montré que l'adhérence se faisait dans l'ordre suivant (les chiffres entre parenthèses correspondent à la cotation de l'adhérence du feuil au substrat, 0 : surface intacte, 5 : finition totalement arrachée) : Hêtre (0-1) >

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Douglas (1) > Ayous (1-2) > Mélèze, Framiré, Okoumé (2) > Frêne (2-3) > Châtaignier, Sapin (3) > Chêne (3-4).

Grâce à des mesures d'angle de contact avec une goutte d'eau, nous avons observé que parmi les essences tempérées, le pin est plus mouillable que le frêne qui l'est plus que le chêne (respectivement θ égal à 46° , 68° et 81°)^[130]. Ces résultats ne sont pas exactement compatibles avec les quantités d'extractibles solubles dans l'éther de pétrole données dans le Tableau 29 qui sont plus élevées pour le pin que pour le frêne et le chêne. Cela est sans doute dû en partie à des différences d'espèces dans les 2 études, mais bien d'autres facteurs seraient à considérer.

Il est assez connu que le chêne et même le châtaignier sont des bois dits « gras » sur lesquels l'adhérence d'un film est diminuée par rapport à d'autres essences. Quant à l'adhérence assez médiocre du vernis sur le sapin, nous pensons qu'il est ici davantage question d'une différence d'ancrage mécanique de la résine dans le bois. Puisque la porosité du sapin est inférieure à celle des bois feuillus en général (et même à celle du douglas et du mélèze dans notre cas, d'après la Figure 35 (essais de porosité au mercure non effectués), il est possible que la pénétration de la finition soit moins importante et donc que la surface de contact avec le substrat soit plus faible pour cette essence, ce qui pourrait être une cause valable d'une plus faible adhérence du vernis.

IV.2.2 Influence des polyphénols sur la qualité de cuisson de poudres UV (CrittBois)

Pour la poudre thermique 100LB, le taux de réticulation semble similaire pour l'ensemble des substrats étudiés (entre 65 et 72%), avec peut-être une réticulation légèrement moins importante pour le chêne (cf. Annexe O). Les poudres époxydiques forment un réseau dense par polycondensation donc ne sont pas gênées par les polyphénols ; le résultat obtenu n'est donc pas étonnant.

En revanche, en ce qui concerne la poudre 640UV, il y a une différence de taux de polymérisation entre le bouleau et le hêtre d'une part (respectivement 84 et 80 %) et le chêne et l'olivier tropical d'autre part (respectivement 31 et 39 %). La poudre à polymérisation sous rayonnement UV est donc beaucoup moins réticulée sur les deux dernières essences étudiées. Ce phénomène peut être dû aux différences d'ordre chimique des essences de bois, et il faut notamment considérer la proportion de molécules pouvant entrer en compétition dans le processus de polymérisation de la finition. On peut ici penser aux polyphénols et aux substances extractibles contenues dans certaines essences plus tanniques que d'autres. Il a été montré que les polyphénols inhibent la photoréticulation de manière importante. La

délocalisation des électrons sur les molécules phénoliques influence leur réactivité et la position des sites phénoliques joue un rôle notable dans la réaction de transfert radicalaire. Une recherche bibliographique indique effectivement que le chêne est une essence particulièrement riche en composés phénoliques (principalement des tanins) à hauteur de 12,2% ^[131] et que ces substances extractibles sont des inhibiteurs moyens et leur réactivité est de même ordre que les monophénols ^[132]. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de données sur l'olivier tropical.

Des résultats obtenus par analyse enthalpique ont mis en évidence une action des molécules phénoliques non seulement sur le degré de réticulation de la résine photopolymérisable, mais également sur la cinétique de la réticulation ^{[132], [133]}.

IV.2.3 Influence des facteurs liés au substrat sur la qualité de finition (Ecofia)

Cette étude a été menée sur la ligne Ecofia. L'ensemble des essais réalisés et les résultats associés (évaluation de la qualité de finition, criblage et ajustement par la méthode des moindres carrés) sont groupés dans l'Annexe P. Les histogrammes des valeurs du rapport t de Lenth permettent de connaître l'influence des facteurs des substrats étudiés sur les différentes réponses prises en compte (Figure 36). La lecture de ces histogrammes nous permettent de dire notamment que :

- Pour le MDF ébénisterie, c'est l'humidité du substrat, ainsi que la profondeur de l'usinage et le niveau de ponçage qui ont l'influence la plus positive sur la qualité de finition (sauf pour le bullage qui est intensifié quand ces facteurs augmentent). En revanche, l'augmentation de l'épaisseur du substrat joue en défaveur de la qualité globale de la finition (en augmentant, la densité moyenne du panneau diminue et sa conductivité électrique aussi) et la largeur de l'usinage n'a pas vraiment d'influence sur ce substrat.

- Pour le MDF médiland, c'est essentiellement l'augmentation de l'humidité du substrat qui favorise une meilleure qualité de finition (grammage, homogénéité du poudrage, amélioration du poudrage des usinages), en revanche, cette humidité a tendance à augmenter le bullage de la finition, la rugosité de surface et la résistance à l'acétone. Ceci semble compensé par une influence positive de l'épaisseur du substrat sur ces dernières caractéristiques du feuillet. Par ailleurs, une augmentation de la largeur du défonçage dans le panneau a tendance à améliorer les propriétés du poudrage et de la qualité du feuillet sec. En outre, il semblerait que la profondeur du défonçage, lorsqu'elle augmente, défavorise le poudrage au niveau de cet usinage (poudrage des arêtes et à l'intérieur de l'usinage).

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

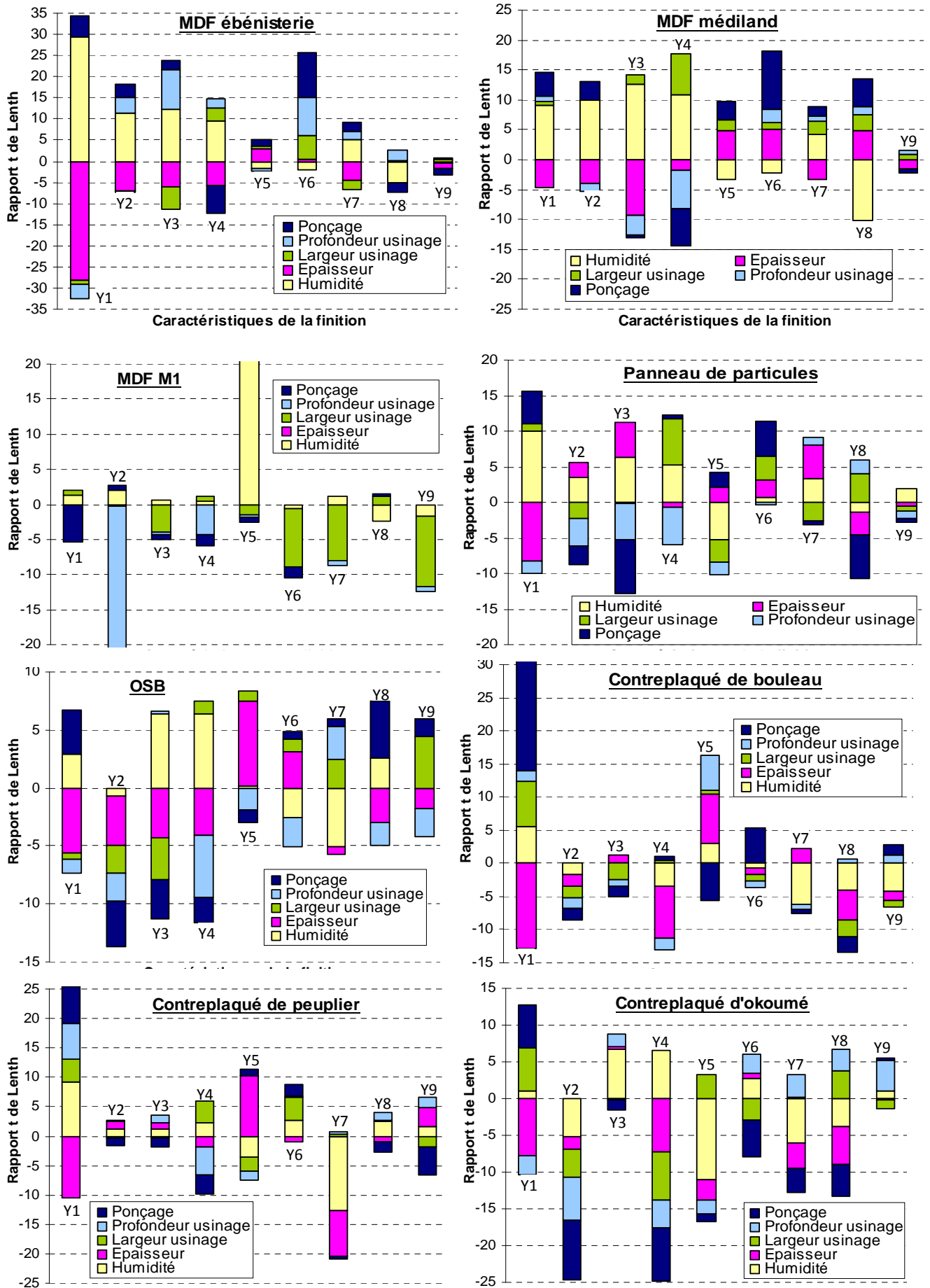


Figure 36 : Influence des facteurs du substrat sur la qualité globale de la finition

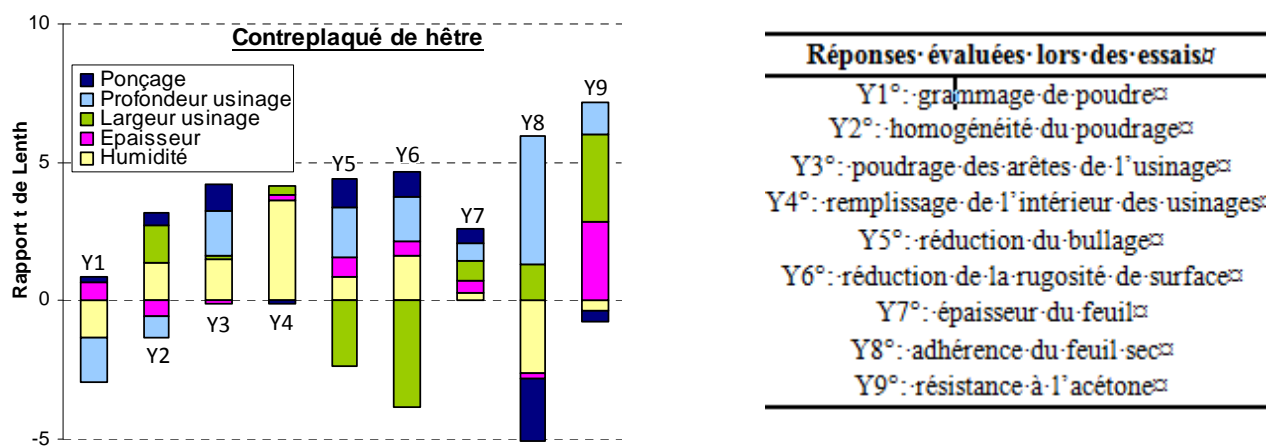


Figure 36 (suite): Influence des facteurs du substrat sur la qualité globale de la finition

- L'étude du MDF classé M1 n'est pas complète car nous n'avons pas pu tester l'influence de l'épaisseur (une seule épaisseur disponible chez les distributeurs de matériaux). Toutefois, l'augmentation de la profondeur de l'usinage semble être un paramètre qui détériorerait le recouvrement du substrat par la poudre (face et arêtes de l'usinage). Contrairement aux autres MDF, l'augmentation de l'humidité n'a pas un impact très fort sur la qualité de finition, à part qu'elle engendre moins de bullage. De plus, l'augmentation de la largeur de l'usinage a tendance à faire chuter les propriétés du poudrage et du feuil sec.

- En ce qui concerne le panneau de particules, encore une fois, c'est l'humidité du substrat qui permet d'améliorer la qualité globale de la finition et particulièrement le grammage de poudre, le recouvrement des arêtes et l'intérieur de l'usinage. Par contre, elle favorise un bullage de la finition. Aussi, pouvons-nous noter que la profondeur du défonçage, lorsqu'elle augmente, fait chuter exactement les mêmes propriétés que celles décrites ci-dessus. Donc pour un bon poudrage, il faut que l'humidité soit suffisante et que l'usinage ne soit pas trop profond, ni trop large. Nous remarquons également qu'un ponçage trop fin tend à réduire l'homogénéité du poudrage ainsi que le recouvrement des arêtes de l'usinage.

- Pour l'OSB, c'est plutôt l'humidité du substrat, son épaisseur et la finesse du ponçage qui ont le plus d'influence sur la qualité globale de la finition, alors que les dimensions de l'usinage importent peu. Ce substrat ne donne cependant pas des résultats très réguliers, puisqu'une caractéristique de la finition peut être contradictoire avec une autre (les facteurs du substrat étudiés ont à la fois une influence positive et une influence négative d'une propriété de finition à une autre). Par exemple, l'augmentation de l'épaisseur fait chuter toutes les caractéristiques, mais diminue le bullage et la rugosité de surface. Ce substrat est donc difficile à cerner car il est par nature complexe et hétérogène dans sa structure.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

- Pour le contreplaqué de bouleau, aucun facteur étudié n'a d'influence sur l'homogénéité de surface et sur le poudrage des arêtes de l'usinage. En revanche, la diminution de l'épaisseur du substrat, l'augmentation de l'humidité, de la largeur de l'usinage et surtout de la finesse du ponçage du substrat favorisent le grammage de poudre. Néanmoins, on constate qu'une humidité de substrat assez faible a aussi une influence positive sur la qualité globale de la finition (adhérence, résistance à l'acétone). La réduction du bullage est favorisée par un ponçage grossier et une épaisseur de substrat croissante, alors que la majorité des propriétés de la finition sont améliorées lorsque cette dernière est réduite. On peut également noter qu'un ponçage fin tend à améliorer le rendu du film de finition (rugosité moins élevée).

- De la même façon, pour le contreplaqué de peuplier, l'homogénéité du poudrage, le poudrage des arêtes des défonçages, la rugosité de surface et l'adhérence du feuil ne sont pas influencés de manière importante par les facteurs du substrat étudiés. Cependant, nous voyons que l'humidité du substrat, la grosseur de l'usinage et un ponçage de plus en plus fin améliore le grammage de poudre, alors qu'il est abaissé lorsque l'épaisseur du panneau augmente. La poudre semble atteindre plus facilement l'intérieur de l'usinage lorsqu'il est plus large et moins profond, ce qui semble logique. Enfin, on voit qu'une épaisseur de substrat importante fait diminuer le bullage de la finition.

- En ce qui concerne le contreplaqué d'okoumé, les facteurs étudiés ont peu d'impact sur le poudrage des arêtes au niveau des défonçages et de la résistance à l'acétone de la poudre. On remarque que l'épaisseur du panneau, son humidité avant poudrage ainsi que le ponçage ont un effet beaucoup plus négatif que positif sur la qualité de finition. Il faut donc privilégier un panneau d'okoumé de faible épaisseur avec une humidité assez faible et un ponçage plutôt grossier pour obtenir une finition la plus acceptable possible. Les facteurs liés à l'usinage de la pièce sont difficilement exploitables car ils apportent à la fois un effet positif et un effet négatif selon la caractéristique de la finition choisie. Par rapport aux contreplaqués d'essences différentes, ce matériau semble donc assez difficile à poudrer. Il faut absolument un substrat le plus fin possible (pour que le grammage ne soit pas trop important) et des usinages peu profonds par rapport à l'épaisseur du panneau.

- Pour le contreplaqué de hêtre, les facteurs étudiés n'ont presque pas d'effet significatif sur le grammage de poudre et l'épaisseur de la finition. On voit qu'une humidité croissante, qui devrait augmenter la conductivité électrique de l'usinage, diminue le grammage de poudre en général et l'adhérence de la finition en particulier. On constate également que plus l'épaisseur du substrat et la finesse du ponçage augmentent, plus le grammage de poudre est important.

Parallèlement, une épaisseur de substrat, une largeur et une profondeur d'usinage augmentées tendent à améliorer la résistance de la finition à l'acétone.

• **Variabilité de la masse volumique en fonction de l'épaisseur du panneau :**

Les mesures des profils de densité des panneaux vérifient effectivement que lorsque l'épaisseur du panneau augmente, la masse volumique globale du panneau diminue généralement (Figure 37), donc sa conductivité électrique doit chuter, ce qui entraîne une diminution du grammage de poudre. Cependant, on observe que ce n'est pas le cas pour les contreplaqués de bouleau et de hêtre qui voient leur masse volumique moyenne augmenter avec l'épaisseur (seules 2 épaisseurs disponibles pour ce dernier).

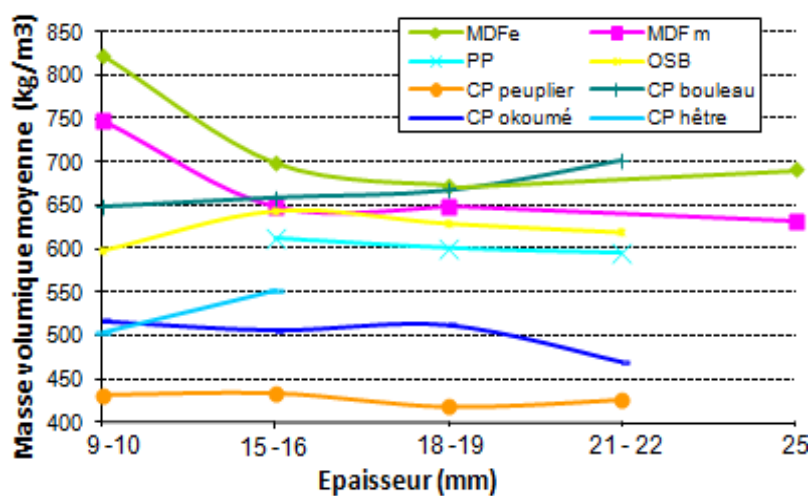


Figure 37: Evolution de la masse volumique moyenne des panneaux en fonction de leur épaisseur

Le MDF ébénisterie a une masse volumique moyenne supérieure à celle du MDF médiland. Ceci peut être dû au fait que pour le MDFe, les fibres utilisées sont en majeure partie issues de bois de feuillus qui sont plus denses elles-mêmes que les fibres de résineux mises en œuvre dans le MDFm. En ce qui concerne les contreplaqués, ceux de bouleau et de hêtre ont des densités moyennes supérieures à celles des contreplaqués d'okoumé et de peuplier.

Remarque : la conductivité électrique des échantillons n'a pas pu être mesurée directement avec un voltmètre et un autre matériel qui aurait permis ce type de mesure n'était pas disponible.

• **Influence du traitement ignifugeant sur la conductivité électrique du MDF :**

Concernant les MDF, on aura remarqué que le MDF M1 reçoit plus de poudre et permet d'obtenir une plus belle qualité de finition que les MDF médiland et ébénisterie. L'explication n'est pas à rechercher dans une différence de densité (comparables pour les 3 MDF) mais dans le caractère chimique du traitement ignifuge.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Les retardateurs de flamme les plus majoritairement utilisés sont minéraux (hydroxyde d'aluminium, hydroxyde de magnésium, borates de zinc, hydroxyde de calcium) et phosphorés (phosphates organiques, phosphonates, phosphinates, phosphore rouge). Ils sont très efficaces pour la résistance au feu dans les polymères contenant beaucoup d'oxygène ^[134]. Dans notre cas, ces retardateurs, en apportant des atomes métalliques, modifient la composition chimique de surface et augmentent probablement la conductivité électrique.

• Influence de la porosité de l'essence, de l'état de surface du contreplaqué sur la qualité de finition :

Les états de surface des finitions après poudrage et cuisson de la poudre sont bien meilleurs sur les contreplaqués de hêtre et de bouleau que sur les contreplaqués des autres essences. Cela peut être mis en relation avec le fait qu'ils sont plus denses et donc moins poreux (il y a davantage de plis plus fins, donc plus de colle aussi en proportion) (Figure 38).

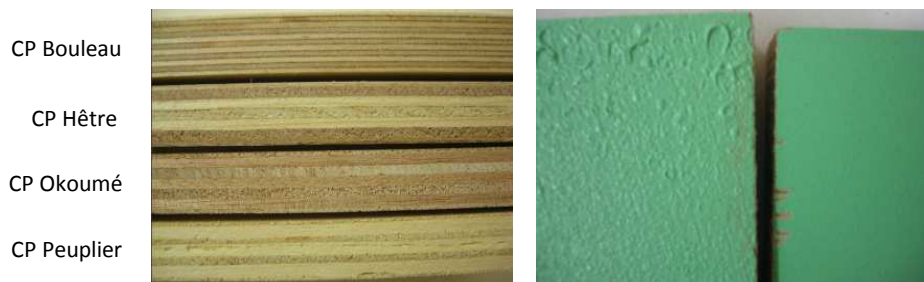


Figure 38: Différence du nombre de plis selon les contreplaqués (à épaisseur équivalente) et présence de bullage sur le contreplaqué d'okoumé (à gauche) par rapport au contreplaqué de bouleau (à droite)

En effet, pour les contreplaqués d'okoumé et de peuplier, nous avons observé très souvent du bullage près des chants des panneaux. Ceci est d'autant plus marqué que l'okoumé est une essence présentant un contrefil qui peut parfois être prononcé. Ce contrefil est à l'origine d'une tendance naturelle au peluchage (fréquent pour les bois tendres) ^[135] qui rend difficile la bonne qualité de la finition car le relevage des fibres peut amorcer le bullage. La bibliographie indique également que le peuplier est un bois absorbant qui peut conserver des poches d'humidité lors du collage et une qualité moyenne de finition ^[135].

• Influence des extractibles et des lignines du bois sur la qualité de finition :

Le peuplier et l'okoumé sont des bois peu mouillables par rapport au hêtre et au bouleau. Pour l'okoumé, on note une présence de molécules extractibles lipophiles en plus grande quantité que pour le hêtre par exemple (extraits dans l'éthanol-benzène : 0,8% pour le hêtre, 1,4% pour l'okoumé). On note également une plus forte concentration en lignine pour l'okoumé par rapport aux autres essences étudiées (okoumé : 31,4%, hêtre : 23,8%, bouleau :

19,4%) [116]. Ces différences de composition chimique pourraient être en partie responsables d'une application et d'une polymérisation malaisées de la finition poudre.

• **Influence de la morphologie du contreplaqué sur le poudrage des chants :**

Nous observons que le point le plus problématique reste la qualité des chants. Sur les matériaux à base de bois massif, comme le contreplaqué, les chants sont constitués en partie de bois de bout, c'est-à-dire du bois coupé transversalement par rapport au fil du bois. Ceci entraîne une importante rugosité de surface mais également une porosité accrue, facteurs favorisant le dégazage et donc la formation de bulles lors de la solidification de la finition. Mais il s'avère que le bullage est plus important sur les chants de certains contreplaqués, en particulier dans l'ordre croissant : hêtre, bouleau, peuplier et okoumé. Sur la Figure 39, nous pouvons observer une nette différence de porosité entre le chant du contreplaqué d'okoumé et celui du hêtre.

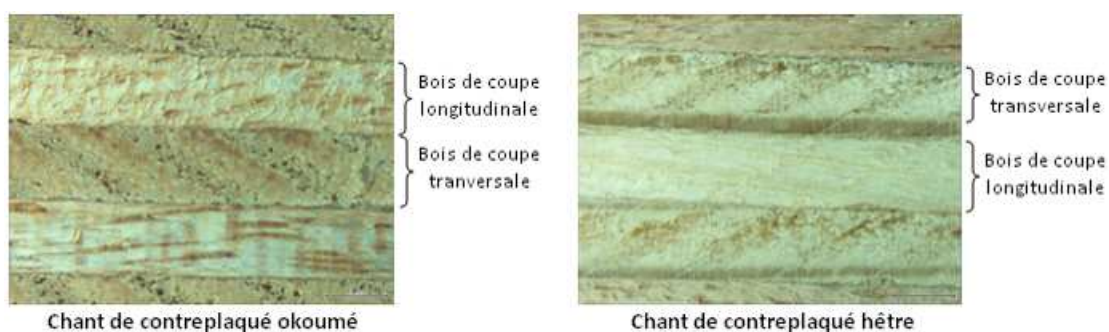


Figure 39: Chants de contreplaqué d'okoumé et de hêtre observés à la loupe G×11,2

D'une part, les joints de colle entre les lamelles pour le contreplaqué de hêtre sont beaucoup plus larges que pour le contreplaqué d'okoumé, ce qui favorise une plus grande densité et d'autre part, d'après la littérature (Tableau 31), le bois d'okoumé est moins dense avec un diamètre transversal moyen des vaisseaux beaucoup plus important que ceux du contreplaqué de hêtre. C'est pour ces deux raisons que la qualité de finition sur les chants du bois d'okoumé n'est pas bonne par rapport à celle des chants de contreplaqué de hêtre.

Essence	Mv moyenne à 12% (kg/m ³)	Ø moyen des vaisseaux (µm)	Densité de vaisseaux (/mm ²)	Dépôts minéraux	Cloquage de finition
Hêtre (<i>Fagus sylvatica L.</i>)	680	60	125	Absents	Très faible
Bouleau (<i>Betula pendula L.</i>)	610	90	50	Absents	Très faible
Peuplier (<i>Populus tremula L.</i>)	450	65	45	Absents	Présent
Okoumé (<i>Aucoumea klaineana Pierre</i>)	410	160	10	Présents	Assez important

Tableau 31: Quelques aspects anatomiques des essences de bois étudiées [136]

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Le bois de peuplier est lui aussi très léger et relativement poreux (densité de vaisseaux assez faible, donc peu de parois cellulodiques qui apportent de la masse), ce qui donne un aspect de surface sur les chants médiocre par rapport à celui sur hêtre et bouleau qui ont un grain plus fin, mais la qualité de finition est toutefois meilleure que pour l'okoumé avec moins de bullage. Nous avons par ailleurs constaté que les grandes caractéristiques du hêtre et du bouleau sont comparables, ce qui s'est traduit dans la qualité de la finition.

IV.2.4 Préconisation des valeurs optimales des facteurs liés au substrat

L'utilisation de la fonction de désirabilité pour chacune des réponses (Tableau 32) a permis au profileur de prévisions du logiciel *JMP*® de nous donner les combinaisons optimales de facteurs liés aux substrats étudiés. Elles sont données dans les Tableau 33 et Tableau 34.

Réponses évaluées lors des essais	Désirabilité	Objectif moyen	Valeur basse	Valeur haute
Y1 : grammage de poudre	Atteindre l'objectif	100 g/m ²	90 g/m ²	110 g/m ²
Y2 : homogénéité du poudrage	Maximiser*	moyenne essais	0	5
Y3 : poudrage des arêtes de l'usinage	Maximiser	moyenne essais	0	5
Y4 : remplissage de l'intérieur des usinages	Maximiser	moyenne essais	0	5
Y5 : réduction du bullage	Maximiser	moyenne essais	0	5
Y6 : réduction de la rugosité de surface	Maximiser	moyenne essais	0	5
Y7 : épaisseur du feuil sec	Atteindre l'objectif	100 µm	90 µm	110 µm
Y8 : adhérence du feuil sec	Minimiser	moyenne essais	5	0
Y9 : Résistance à l'acétone	Maximiser	moyenne essais	0	5

Tableau 32: Récapitulatif des désirabilités pour chacune des réponses considérées

* Maximiser ou minimiser la cotation de l'essai

Épaisseur au niveau L1 :

Facteur du substrat	X1*	X2	X3	X4	X5	Désirabilité
MDF ébénisterie	L1= 6%	L1= 10 mm	L4= 36 mm	L4= 10 mm (1)	L3= P150	0,654
MDF médiland	L1= 6%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 2,5 mm (1/4)	L3= P150	0,712
OSB	L1= 6%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 2,5 mm (1/4)	L1= P80	0,199
CP bouleau	L3= 11%	L1= 9 mm	L2= 12 mm	L1= 2,5 mm (1/4)	L1= P80	0,078
CP peuplier	L4= 13%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 2,5 mm (1/4)	L3= P150	2,7.10 ⁻¹²
CP okoumé	L2= 9%	L1= 10 mm	L1= 8 mm	L2= 5 mm (1/2)	L3= P150	2,484.10 ⁻⁵
CP hêtre	L3= 11%	L1= 9 mm	L3= 18 mm	L4= 9 mm (1)	L2= P120	0,090

Épaisseur au niveau L2 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	Désirabilité
MDF ébénisterie	L1= 6%	L2= 16 mm	L2= 12 mm	L1= 4 mm (1/4)	L3= P150	0,213
MDF médiland	L2= 9%	L2= 16 mm	L2= 12 mm	L1= 4 mm (1/4)	L4= P180	0,835
Panneau de particules	L1= 6%	L2= 16 mm	L3= 18 mm	L2= 8 mm (1/2)	L1= P80	0,040
OSB	L2= 9%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm (1/4)	L1= P80	0,087
CP bouleau	L3= 11%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm (1/4)	L1= P80	0,067
CP peuplier	L4= 13%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm (1/4)	L3= P150	9,45.10 ⁻¹¹
CP okoumé	L3= 11%	L2= 15 mm	L1= 8 mm	L2= 7,5 mm (1/2)	L3= P150	1,167.10 ⁻⁶
CP hêtre	L3= 11%	L2= 15 mm	L3= 18 mm	L4= 15 mm (1)	L2= P120	0,050

* X1 : Humidité, X2 : Épaisseur, X3 : largeur d'usinage, X4 : profondeur d'usinage, X5 : ponçage

Épaisseur au niveau L3 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	Désirabilité
MDF ébénisterie	L3= 11%	L3= 19 mm	L2= 12 mm	L3= 14,25 mm (3/4)	L3= P150	0,571
MDF médiland	L2= 9%	L3= 19 mm	L2= 12 mm	L1= 4,75 mm (1/4)	L3= P150	0,791
MDF M1	L3= 11%	L3= 18 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm (1/2)	L4= P180	0,097
Panneau de particules	L1= 6%	L3= 19 mm	L3= 18 mm	L2= 9,5 mm (1/2)	L1= P80	0,383
OSB	L3= 11%	L4= 18 mm	L4= 36 mm	L1= 4,5 mm (1/4)	L1= P80	0,292
CP bouleau	L3= 11%	L3= 18 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm (1/4)	L1= P80	0,361
CP peuplier	L4= 13%	L3= 18 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm (1/4)	L3= P150	3,764.10 ⁻⁷
CP okoumé	L2= 9%	L3= 18 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm (1/2)	L3= P150	0,099

Épaisseur au niveau L4 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	Désirabilité
MDF ébénisterie	L3= 11%	L4= 25 mm	L2= 12 mm	L3= 18,75 mm (3/4)	L2= P120	0,577
MDF médiland	L3= 11%	L4= 25 mm	L2= 12 mm	L4= 25 mm (1)	L3= P150	0,192
Panneau de particules	L1= 6%	L4= 22 mm	L3= 18 mm	L2= 11 mm (1/2)	L1= P80	0,559
OSB	L3= 11%	L4= 22 mm	L1= 8 mm	L1= 5,5 mm (1/4)	L1= P80	0,649
CP bouleau	L3= 11%	L4= 21 mm	L3= 18 mm	L1= 5,25 mm (1/4)	L1= P80	0,079
CP peuplier	L4= 13%	L4= 22 mm	L2= 12 mm	L1= 5,5 mm (1/4)	L3= P150	6,819.10 ⁻⁵
CP okoumé	L2= 9%	L4= 22 mm	L1= 8 mm	L2= 11 mm (1/2)	L3= P150	0,001

Tableau 33: Préconisation des valeurs des facteurs du substrat pour chaque épaisseur de substrat pour optimiser la qualité globale de la finition

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	Désirabilité
MDF ébénisterie	L1= 6%	L1= 10 mm	L4= 36 mm	L4= 10 mm (1)	L3= P150	0,654
MDF médiland	L2= 9%	L2= 16 mm	L2= 12 mm	L1= 4 mm (1/4)	L4= P180	0,835
MDF M1	L3= 11%	L3= 19 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm (1/2)	L4= P180	0,097
Panneau de particules	L1= 6%	L4= 22 mm	L3= 18 mm	L2= 11 mm (1/2)	L1= P80	0,559
OSB	L3= 11%	L4= 22 mm	L1= 8 mm	L1= 5,5 mm (1/4)	L1= P80	0,649
CP bouleau	L3= 11%	L3= 18 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm (1/4)	L1= P80	0,361
CP peuplier	L4= 13%	L4= 22 mm	L2= 12 mm	L1= 5,5 mm (1/4)	L3= P150	6,819.10 ⁻⁵
CP okoumé	L2= 9%	L3= 18 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm (1/2)	L3= P150	0,099
CP hêtre	L3= 11%	L1= 9 mm	L3= 18 mm	L4= 9 mm (1)	L2= P120	0,090

Tableau 34: Préconisation des valeurs des facteurs du substrat pour optimiser la qualité de la finition

• **Discussion sur l'optimisation :**

Pour l'ensemble des substrats considérés, l'humidité optimale doit être comprise entre 6 et 11% (sauf pour le contreplaqué de bouleau). Au-delà, l'humidité peut devenir trop importante et défavoriser la qualité de la finition et engendrer notamment un bullage de la poudre lors de l'étape de cuisson.

Il semble que nous pouvons faire une corrélation entre l'épaisseur du substrat et son taux d'humidité. D'après notre expérience, une faible épaisseur favorise une meilleure conductivité de surface et compenserait un taux d'humidité faible. On voit, d'après les zones surlignées en foncé dans le Tableau 34, qu'effectivement lorsque l'humidité du panneau est assez faible, l'épaisseur du substrat est relativement faible et inversement. Mais ceci dépend aussi fortement de la nature du substrat car certains sont plus aptes à subir un poudrage sans qu'ils ne dégagent (ex : le panneau de particules, contrairement au contreplaqué d'okoumé).

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Pour la plupart des substrats, la largeur de l'usinage optimale est comprise entre 8 et 12 mm pour que le poudrage à l'intérieur de l'usinage soit le meilleur possible. Pour le panneau de particules et le contreplaqué de hêtre, cette largeur est augmentée à 18 mm. C'est sans doute que pour ces substrats, il y aurait une sorte de répulsion de la poudre à l'entrée du défonçage si les arêtes sont trop proches l'une de l'autre. Cette largeur de défonçage doit être plus grande encore pour le MDF ébénisterie (36 mm).

Pour la majorité des substrats, la profondeur de l'usinage doit être comprise entre un quart et la moitié de l'épaisseur du substrat pour que la poudre le remplisse suffisamment, sauf pour le MDF ébénisterie et le contreplaqué de hêtre qui nécessitent que l'usinage soit débouchant.

Nous remarquons que ce n'est pas forcément le ponçage le plus fin qui est préconisé pour l'ensemble des substrats puisqu'un ponçage P80 ou P150 est généralement le plus prescrit d'après le logiciel pour un aspect de surface optimal. Cependant, le ponçage peut être un peu plus fin pour le MDF médiland et le MDF classé M1. Nous remarquons également que les contreplaqués de peuplier et d'okoumé nécessitent un ponçage plus fin que celui effectué sur les contreplaqués de hêtre et de bouleau. En effet, il s'agit d'essences qui présentent une surface assez pelucheuse.

• Discussion sur les désirabilités :

Nous observons une désirabilité relativement faible pour certains substrats comme le MDF M1, les contreplaqués de peuplier, d'okoumé et de hêtre. Ceci peut avoir plusieurs causes. En effet, les niveaux de facteurs étaient trop peu nombreux pour le MDF M1 (une seule épaisseur disponible) et le contreplaqué de hêtre (deux épaisseurs disponibles). Nous pensons également que certains panneaux comme les contreplaqués d'okoumé et de peuplier qui sont des essences assez poreuses ne sont pas très appropriés au poudrage et surtout à la cuisson de la poudre car ils dégagent très facilement, ce qui provoque un bullage de la finition. Compte-tenu des expérimentations mises en œuvre pour ces substrats, l'optimisation semble difficile à atteindre.

• Vérification des combinaisons de facteurs optimales données par le logiciel :

Ces combinaisons de facteurs ont ensuite été testées pour vérifier la bonne qualité de la finition pour chacun des substrats. Les résultats (globalité dans l'Annexe Q) sont donnés dans les graphiques suivants (Figure 40), où la réussite de l'essai est proposée en pourcentage.

Rappel pour la figure 40 : Pour le facteur X2 (épaisseur du panneau), L1 : 9-10 mm, L2 : 15-16 mm, L3 : 18-19 mm, L4 : 21-22 / 25 mm

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

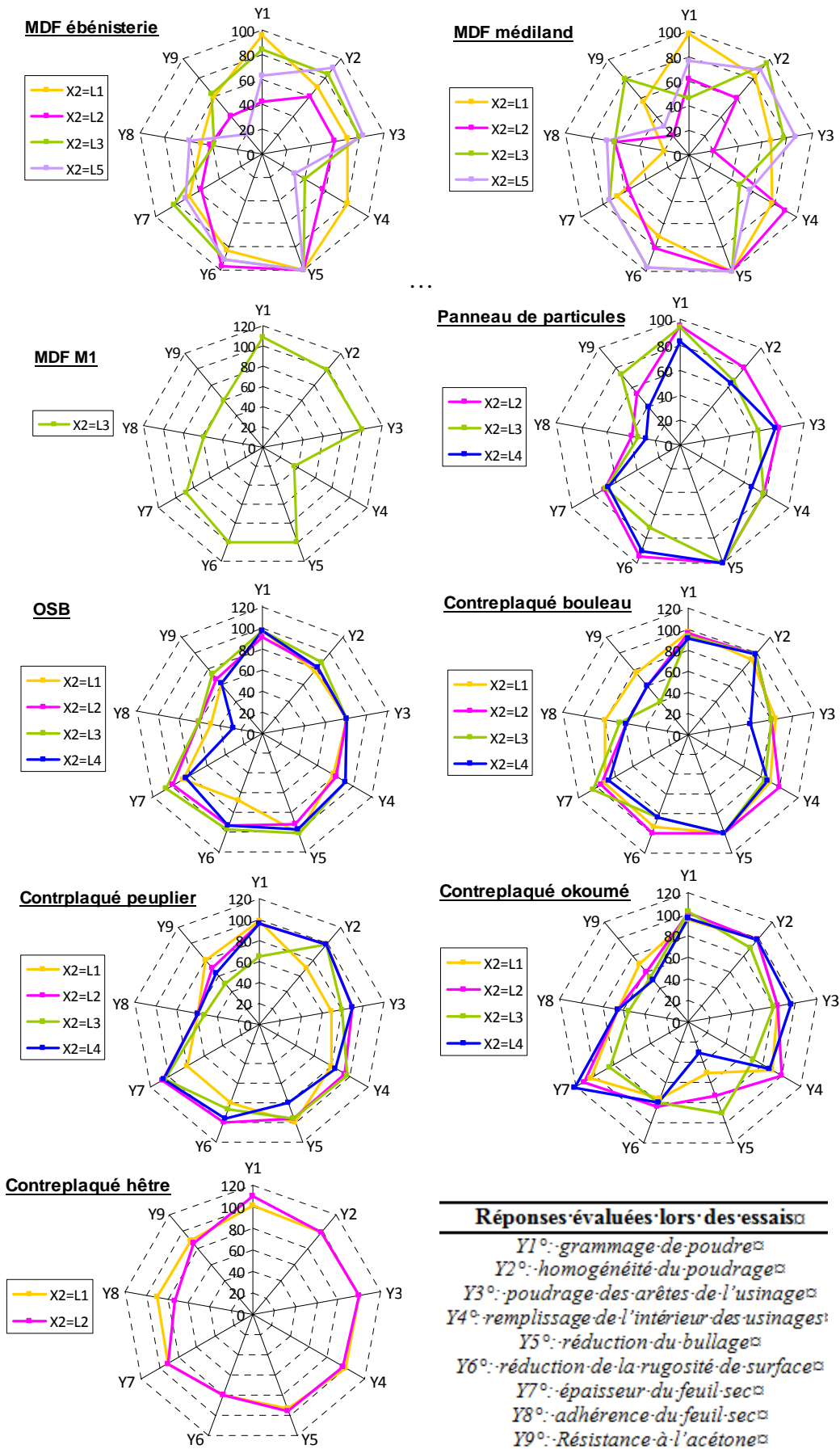


Figure 40: Résultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Pour le MDF ébénisterie, on note que ce sont surtout l'adhérence (Y8) et la résistance à l'acétone (Y9) qu'il convient d'améliorer encore, mais également le recouvrement de l'intérieur de l'usinage (Y4) pour les épaisseurs de panneau les plus importantes. En consultant le graphique des effets des facteurs sur les réponses, nous voyons qu'il est nécessaire d'augmenter un peu l'humidité (X1) dans la mesure du possible, la largeur de l'usinage (X3), sa profondeur (X4) et baisser la finesse du ponçage (X5).

Pour le cas du MDF médiland, les résultats sont assez moyens, surtout pour une épaisseur de 16 mm. L'adhérence au substrat est très mauvaise, ce qui implique qu'il faudrait diminuer un peu l'humidité initiale, alors qu'elle peut être légèrement augmentée pour toutes les autres épaisseurs de panneau. La largeur de l'usinage et la finesse du ponçage peuvent également être un peu augmentées pour améliorer la qualité de finition.

En ce qui concerne le panneau de MDF traité M1, les résultats sont plutôt satisfaisants sauf pour le poudrage à l'intérieur de l'usinage, l'adhérence du feuil ainsi que la résistance à l'acétone. Ceci pourrait éventuellement être amélioré en diminuant un peu l'humidité du panneau et la largeur de l'usinage (X3) et en augmentant légèrement le degré de ponçage.

En considérant le panneau de particules, les résultats sont plutôt satisfaisants, surtout avec l'épaisseur de panneau la plus faible. Finalement, c'est avec l'épaisseur moyenne que les propriétés de la finition sont les moins bonnes. L'adhérence au substrat ainsi que la résistance à l'acétone de la finition posent encore ici le plus de problèmes. Une solution consisterait en premier lieu à augmenter le grain du ponçage pour obtenir une surface plus rugueuse et permettre une meilleure adhérence du feuil, puis augmenter légèrement l'humidité du panneau et diminuer un peu la profondeur de l'usinage.

S'agissant de l'OSB, l'optimisation est correcte car les résultats se trouvent entre 80 et 100% de réussite (voire plus pour le grammage de poudre et l'épaisseur de finition), sauf pour l'adhérence du feuil et la résistance à l'acétone. Pour améliorer ces réponses Y8 et Y9, il faut augmenter l'humidité du panneau, la largeur de l'usinage, la finesse du ponçage, mais également diminuer un peu la largeur de l'usinage.

Concernant le contreplaqué de bouleau, les résultats faisant suite à cette optimisation par le logiciel donnent satisfaction avec des réussites le plus souvent comprises entre 80 et 100%, sauf pour Y8 et Y9 pour les épaisseurs de panneau comprises entre 15 et 21 mm (réussites comprises entre 40 et 60%) et Y3 pour la plus forte épaisseur de panneau. On propose ici de diminuer un peu l'humidité du panneau, la largeur de l'usinage et le degré de ponçage, tout en augmentant par ailleurs la profondeur de l'usinage.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

L'optimisation du logiciel sur le contreplaqué de peuplier donne des résultats expérimentaux plutôt moyens, mais ce qui en ressort est le fait qu'il faille améliorer surtout Y8 et Y9 pour l'ensemble des épaisseurs, améliorer Y2 et Y3 pour l'épaisseur de 9 mm et diminuer un peu Y1 et Y7 pour l'épaisseur de panneau la plus élevée. Pour les 4 épaisseurs de panneaux, il faut alors augmenter l'humidité du panneau et diminuer la finesse du ponçage.

Dans le cas du contreplaqué d'okoumé, les résultats ne sont pas trop mauvais et montrent qu'il faut surtout diminuer le cloquage (augmenter Y5), l'adhérence du feuil et la résistance à l'acétone de la finition. Par ailleurs pour les épaisseurs de 15 et 21 mm, on remarque que l'épaisseur de feuil (Y7) est un peu trop élevée, il faut donc diminuer le grammage de poudre (Y1). Pour tenter de remédier à cela, nous proposons de diminuer principalement l'humidité du panneau ainsi que la finesse du ponçage et d'augmenter la largeur de l'usinage.

Pour le contreplaqué de hêtre, nous avons de très bons résultats (toutes les réponses sont proches de 90 %) ; l'optimisation via le logiciel est adéquate pour ce substrat. Les 2 seuls éléments qui nécessiteraient une légère amélioration sont la rugosité de surface (Y6) et l'adhérence du feuil pour l'épaisseur de panneau de 15 mm. Pour cela, nous augmentons la finesse du ponçage et diminuons légèrement l'humidité du panneau et la largeur de l'usinage.

IV.2.5 Optimisation finale des paramètres du substrat

De nouvelles combinaisons de paramètres ont été testées pour chaque substrat de chaque épaisseur (Annexe R). A partir de là, nous avons pu constater une amélioration du poudrage à l'intérieur de l'usinage pour les MDF, le panneau de particules, l'OSB et le contreplaqué de peuplier, mais assez peu pour le contreplaqué de bouleau et pas du tout pour le contreplaqué d'okoumé. Nous avons également noté une nette réduction du bullage sur le contreplaqué de bouleau, mais une certaine accentuation pour l'OSB et le contreplaqué de hêtre.

L'analyse des résultats et la confrontation avec les graphiques des effets des facteurs du substrat sur les différentes réponses étudiées nous ont finalement conduits à établir des combinaisons de facteurs définitives précisées dans le Tableau 35.

Epaisseur au niveau L1 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5
MDF ébénisterie	11	10 mm	36 mm	10 mm	P150
MDF médiland	6	10 mm	20 mm	2,5 mm	P200
OSB	9	10 mm	18 mm	1 mm	P150
CP bouleau	9	9 mm	12 mm	4,5 mm	P80
CP peuplier	13	10 mm	12 mm	4 mm	P100
CP okoumé	6	10 mm	15 mm	7 mm	P100
CP hêtre	9	9 mm	15 mm	9 mm	P150

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Rappel : X1 : humidité (%), X2 : épaisseur (mm), X3 : largeur défonçage, X4 : profondeur défonçage, X5 : ponçage

Épaisseur au niveau L2 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5
MDF ébénisterie	13	16v	20 mm	8 mm	P150
MDF médiland	13	16 mm	22 mm	2 mm	P240
Panneau de particules	9	16 mm	20 mm	6 mm	P60
OSB	11	15 mm	15 mm	1,5 mm	P150
CP bouleau	6	15 mm	10 mm	5 mm	P80
CP peuplier	13	15 mm	12 mm	5 mm	P100
CP okoumé	6	15 mm	12 mm	9 mm	P100
CP hêtre	6	15 mm	15 mm	15 mm	P150

Épaisseur au niveau L3 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5
MDF ébénisterie	13	19 mm	18 mm	16 mm	P120
MDF médiland	11	19 mm	20 mm	3 mm	P200
MDF M1	9	18 mm	6 mm	9 mm	P180
Panneau de particules	9	19 mm	25 mm	7 mm	P60
OSB	11	18 mm	40 mm	2 mm	P150
CP bouleau	6	18 mm	8 mm	7 mm	P80
CP peuplier	13	18 mm	12 mm	6 mm	P100
CP okoumé	6	18 mm	10 mm	10 mm	P100

Épaisseur au niveau L4 :

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5
MDF ébénisterie	13	25 mm	18 mm	25 mm	P120
MDF médiland	11	25 mm	15 mm	25 mm	P200
Panneau de particules	9	22 mm	22 mm	8 mm	P60
OSB	11	22 mm	8 mm	3 mm	P180
CP bouleau	6	21 mm	18 mm	5,25 mm	P80
CP peuplier	13	22 mm	12 mm	7 mm	P120
CP okoumé	6	22 mm	10 mm	11 mm	P100

Tableau 35: Ajustement des valeurs des facteurs du substrat pour chaque épaisseur de substrat après optimisation de la qualité globale de la finition

Il s'est avéré que pour certains substrats à des épaisseurs particulières, le grammage de poudre et l'épaisseur de finition qui en résultaient étaient assez éloignés de la centaine de microns recherchée. Comme nous avons déjà réalisé 2 ajustements de paramètres des substrats sans obtenir de résultats parfaits pour toutes les caractéristiques de la finition, nous pensons qu'il est alors nécessaire de modifier en amont les paramètres de poudrage pour appliquer plus ou moins de poudre sur les panneaux (Tableau 36).

Substrat	Appliquer moins de poudre	Appliquer plus de poudre
MDF ébénisterie	10 mm, 25 mm	
MDF médiland		16 mm, 25 mm
Panneau de particules	16 mm	
OSB		
CP bouleau	9 mm, 15 mm, 21 mm	18 mm
CP peuplier	10 mm, 15 mm, 18 mm, 22 mm	
CP okoumé	15 mm, 18 mm, 22 mm	
CP hêtre	9 mm, 15 mm	

Tableau 36: Modification des paramètres de poudrage des pistolets

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

En outre, le fait de diminuer un peu le poudrage sur certaines éprouvettes peut permettre de diminuer l'apparition de bullage de la finition qui survient généralement en cas de surépaisseur. On remarque notamment que les pièces de plus faible épaisseur pour le MDF ébénisterie, les contreplaqués de bouleau, de peuplier et de hêtre nécessitent un grammage de poudre inférieur à celui réalisé dans les essais ; or c'est sur ces pièces que le bullage est le plus souvent apparu.

Les paramètres de cuisson utilisés pour cette série d'essais sont ceux issus de l'optimisation de ces mêmes paramètres sur des panneaux de MDF de 19 mm d'épaisseur. Il est tout à fait possible que ces niveaux de cuisson soient trop élevés pour des panneaux plus fins (9-10 mm) ou trop faibles pour des panneaux plus épais (22-25 mm). Le bullage de la finition est souvent provoqué par une sur-cuisson qui entraîne un dégazage excessif. Pour des substrats de faible épaisseur, il faut donc diminuer un peu les paramètres de cuisson, sans toutefois altérer le taux de réticulation évalué par la résistance à l'acétone du feuillet. Justement, les résultats du test à l'acétone montrent que pour chacun des substrats, ce sont toujours les panneaux les plus épais qui présentent la moins bonne résistance (cf. Annexe Q et Annexe R). Ainsi, nous mettons en évidence qu'ils subissent une cuisson moins élevée que ceux d'épaisseur inférieure, même si leurs surfaces sont plus proches des lampes IR. Il apparaît alors nécessaire que l'intérieur de la matière soit aussi chauffé suffisamment pour que le film de finition fonde et polymérise assez. Dans ce cas là, il faut modifier un peu les paramètres de cuisson sans toutefois « sur-cuire » et risquer de détériorer la finition. Il serait également possible de préchauffer les pièces avant l'application de la poudre pour tenter de diminuer l'apparition de bullage pendant sa cuisson.

Dans cette étude des paramètres du substrat et sa préparation, les facteurs de cuisson ont été gardés constants pour simplifier la procédure, mais il semble naturel de penser que la qualité finale du système substrat-finition poudre dépende beaucoup de la cuisson de la finition. C'est cette étape de cuisson que nous proposons d'examiner en détail dans le paragraphe suivant.

IV.3 Etude de la cuisson

IV.3.1 Cuisson d'une poudre IR dans le domaine industriel

L'ensemble des résultats concernant les essais de cuisson IR chez *Ecofia* est disponible dans les Annexes T1, T2, T3, T4, T5 et T6.

• Influence des paramètres de cuisson IR sur la qualité de la finition :

Le criblage des essais sur le logiciel de résolution statistique JMP® permet de connaître l'influence des différents paramètres de cuisson IR sur les caractéristiques physico-chimiques des feuil. Les résultats du criblage sont en Annexe T7. La Figure 41 est construite avec le rapport t de Lenth qui représente l'influence des paramètres sur la réponse. Si ce rapport est supérieur à 1,70, alors le paramètre a une influence sur la réponse. En dessous, il est considéré comme sans influence particulière.

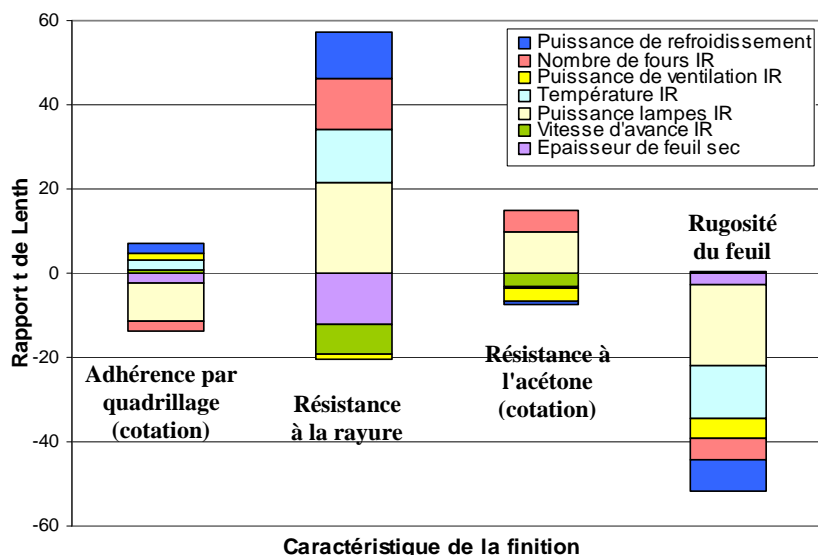


Figure 41: Influence des paramètres de cuisson IR sur les caractéristiques du feuil (poudre 700LB)

Pour faciliter la lecture et l'interprétation de ce graphique, le Tableau 37 récapitule l'influence de chaque paramètre de cuisson étudié sur chacune des propriétés de finition considérée. Nous y avons rajouté une colonne supplémentaire dédiée au taux de conversion de la poudre. Un signe + signifie qu'une augmentation du niveau du facteur de cuisson améliore les caractéristiques concernées.

CUISSON IR (ECOFA)		Caractéristique de la finition				
		Adhérence	Rayure	Acétone	Rugosité	Taux de conversion
A	Epaisseur du feuil sec (µm)	+ (2,32)	--- (12,12)	(0)	+ (2,8)	++++
B	Vitesse d'avance (m/min)	(0,93)	-- (7,22)	- (2,98)	(0,25)	-----
C	Puissance lampe IR1 (%)	++ (9,03)	++++ (21,65)	++ (9,8)	++++ (19,17)	+++++
D	Température IR1 (°C)	- (2,08)	++ (12,41)	(0,43)	+++ (12,36)	-----
E	Puissance ventilation IR (%)	- (1,85)	- (1,15)	- (3,45)	+ (4,73)	++++
F	Nombre de fours IR	+ (2,55)	++ (12,41)	++ (5,11)	++ (5,18)	+++++
G	Puissance refroidissement (%)	- (2,08)	++ (10,97)	(0,43)	++ (7,63)	-----

Tableau 37: Résumé de l'influence des paramètres de cuisson IR sur la qualité de finition

C'est surtout la puissance des lampes IR et le nombre de fours IR en fonctionnement qui semblent avoir le plus d'influence sur l'ensemble des caractéristiques de la finition cuite. Une augmentation générale de ces 2 facteurs apporte une amélioration de toutes les caractéristiques de la finition. Les autres paramètres ont une influence, un peu plus faible, et n'ont pas les

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

mêmes priorités selon la caractéristique considérée. On peut citer par exemple la température dans les fours IR ainsi que la puissance de refroidissement. Une augmentation de la température améliore aussi la qualité de la finition sauf en termes d'adhérence au substrat, mais cela n'est pas critique puisque ce facteur n'a qu'une faible influence sur cette caractéristique.

Par ailleurs, l'épaisseur de feuil qui a une forte influence sur les variations de la résistance à la rayure des finitions, n'a une influence que très moyenne sur l'adhérence du feuil et la rugosité de surface et n'a pas d'influence sur la résistance à l'acétone. L'augmentation de l'épaisseur du feuil entraîne une diminution des cotations des caractéristiques, soit une amélioration de l'adhérence, une détérioration de la résistance à la rayure et une amélioration de l'état de surface de la finition.

Remarque : La méthode de calcul des taux de conversion en FTIR (cf. Annexe T5) est imparfaite car elle conduit parfois à des taux de conversion négatifs. C'est pourquoi il faut considérer les tendances du tableau avec précaution et prendre en compte davantage celles des autres caractéristiques du feuil.

D'après une observation générale à l'œil nu de l'ensemble des échantillons, nous constatons que cette poudre 700LB donne un aspect relativement grainé à la finition. Cette constatation est vérifiée par l'analyse cartographique des différents essais, dont certains sont représentés sur la Figure 42.

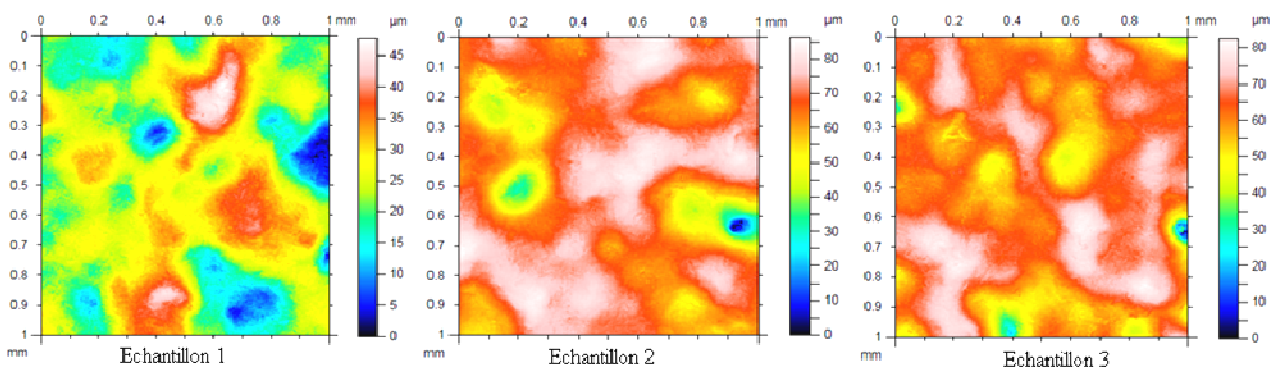


Figure 42: Cartographie de quelques échantillons de la finition poudre 700LB vert 674

L'analyse des surfaces par cartographie et celle des profils de rugosité (cf. Annexe T6) confirment le fait que la finition poudre 700LB a une rugosité élevée. Les grains ou agglomérations de grains semblent avoir une taille approximative moyenne d'au moins 200 µm. Pour l'étude suivante, seul le paramètre de rugosité Ra a été pris en compte car il s'avère que l'ensemble des paramètres de rugosité évoluent de la même façon et que l'influence des paramètres de cuisson est identique sur chacun d'eux.

• Estimation des niveaux de facteurs les plus influents :

Le criblage de ces essais disponible dans le logiciel de résolution nous permet d'estimer le rapport t de Lenth des facteurs nominaux étendus à tous les niveaux. Ces résultats sont donnés dans l'Annexe T7.

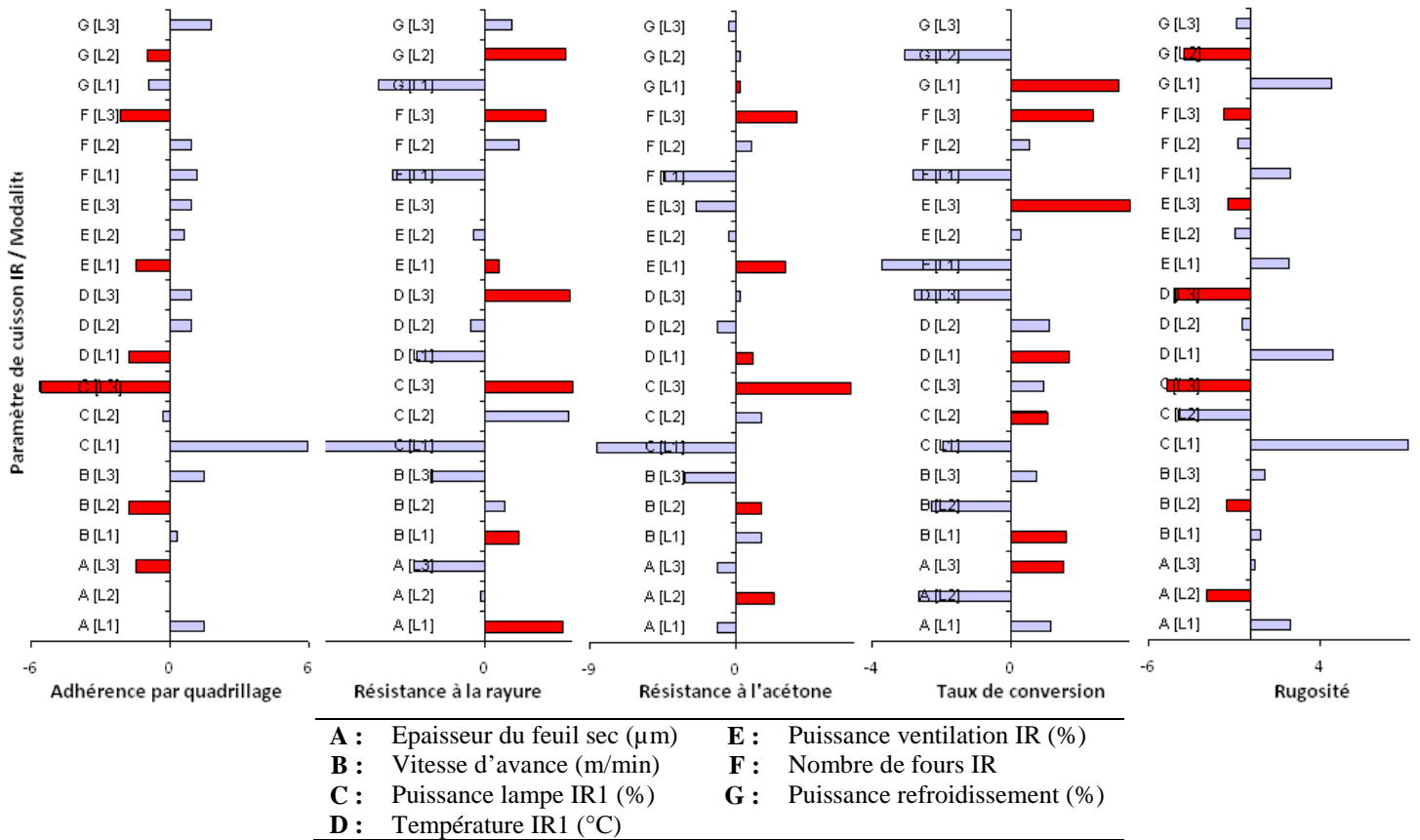


Figure 43: Estimation des coefficients codés pour chaque paramètre de cuisson IR et chaque modalité

Adhérence de feuil sec au substrat :

La Figure 43 indique que c'est lorsque la puissance de la lampe du four IR 1 est au niveau 3 que la résistance à l'arrachement est la plus élevée en moyenne (cotation de l'essai proche de 1). Il faut donc privilégier une forte puissance des lampes, au moins égale à 60% de la puissance maximale pour le premier four pour que la résistance à l'arrachement soit la plus élevée possible.

Les autres paramètres ont beaucoup moins d'influence sur cette caractéristique mécanique de la finition. Cependant, nous pouvons voir que l'adhérence du feuil est meilleure lorsque 4 fours sont en fonctionnement (passage du niveau 2 au niveau 3). Par ailleurs, il semble que la vitesse d'avance des pièces dans la zone IR soit optimale quand elle est réglée à 80% de la vitesse maximale, soit 1,6 m/s (niveau 2). La température dans les fours IR doit se trouver autour de 65°C (niveau 1) pour obtenir une résistance à l'arrachement de la finition la plus importante possible.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Nous pouvons donc dire qu'une cuisson importante (nombreux fours IR en fonctionnement, puissance des lampes importante, faible ventilation dans les compartiments pour préserver une ambiance la plus chaude possible, vitesse de convoyage assez faible, ...) est favorable à une bonne résistance à l'arrachement.

Résistance à la rayure de la finition :

La résistance à la rayure est très fortement diminuée lorsque la puissance des lampes passe des niveaux 2 ou 3 au niveau 1. La puissance optimale pour les lampes IR doit donc être au moins de 50% de la puissance maximale. La température dans les fours IR doit être la plus élevée possible, soit d'au moins 75°C, pour obtenir une résistance à la rayure la plus forte possible. Aussi, un nombre de 4 fours en fonctionnement semble être la meilleure solution afin d'avoir une résistance à la rayure du feuillet convenable.

Par ailleurs, plus l'épaisseur de finition augmente, plus la résistance à la rayure diminue. Ceci est dû au fait qu'une peinture épaisse a tendance à être plus molle qu'une couche fine et que la finition est sans doute moins bien polymérisée en profondeur lorsqu'elle est épaisse.

Une vitesse d'avance qui augmente tend à baisser la résistance à la rayure. En effet, plus la vitesse d'avance est grande, moins la pièce est cuite. Il vaut donc mieux que la vitesse soit la plus faible possible, soit 1,2 m/s. Un réglage des ventilateurs de refroidissement à 80% de leur vitesse maximale (niveau 2) est propice à améliorer la résistance à la rayure.

Finalement, une bonne résistance à la rayure de la finition, en plus d'être reliée à la nature chimique de la résine, résulte d'une bonne cuisson (puissance et temps adaptés, d'autant plus si le feuillet est épais).

Résistance de la finition vis-à-vis de l'acétone :

Encore une fois, plus la puissance des lampes IR et le nombre de fours IR en fonctionnement sont élevés, plus la résistance à l'acétone de la finition est améliorée. Il faut préconiser 4 fours avec des puissances de lampes au moins égale à 60% pour obtenir une résistance importante.

En outre, il ne faut pas que la ventilation au sein des fours IR soit trop élevée, soit proche de 40%, afin de garder une ambiance la plus chaude possible, sans pour autant que les fours ne chauffent de trop. De plus, il faut que la vitesse d'avance dans le compartiment IR soit assez lente, proche de 1,4 m/min pour que la finition fonde et polymérise en totalité.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Etat de surface et rugosité du feuil sec :

Le graphique relatif à la rugosité de surface de la finition indique que c'est lorsque la puissance de la lampe du four IR 1 est au niveau 3 que l'état de surface est le meilleur. Il faut donc privilégier une forte puissance des lampes, au moins égale à 60% de la puissance maximale. Par ailleurs, comme pour les autres caractéristiques, la mise en fonctionnement de 4 fours IR permet d'atteindre une rugosité faible. La température au sein des fours IR doit se trouver aux environs de 75°C pour augmenter encore plus cette qualité.

De même, il semblerait qu'une puissance de ventilation dans la zone IR et dans la zone de refroidissement des pièces assez élevée et fixée autour de 80% de la puissance maximale soit bénéfique au tendu du feuil.

Taux de conversion de la résine :

Le taux de conversion est meilleur lorsque la puissance des lampes IR est réglée au moins à 60% de leur puissance maximale (niveau 3). Ceci confirme les conclusions établies précédemment. Nous préconisons une puissance de lampe qui s'échelonne entre 60 et 50% (fours 1 à 4) de leur puissance maximale. Toutefois, il semblerait que l'augmentation de la température dans les fours IR ne soit pas souhaitable, surtout au dessus de 70°C. Aussi, plus la puissance de la ventilation dans le four IR augmente, plus le taux de conversion augmente, ce qui montrerait qu'une ventilation par de l'air chaud suffisamment importante est profitable à la réticulation de la résine ($\geq 80\%$). De manière logique, un nombre croissant de fours IR en fonctionnement augmente le taux de polymérisation de la résine et cela, de manière constante entre 2 et 4 fours.

Une augmentation de l'épaisseur du feuil fait normalement diminuer le taux de conversion des groupements époxydes car plus le feuil est épais, plus l'énergie nécessaire à sa cuisson doit être importante. Or, de façon un peu surprenante, la modélisation statistique indique que le taux de conversion est meilleur lorsque la quantité de poudre est augmentée (niveau 3).

Par ailleurs, il semble que la puissance de refroidissement a un effet négatif sur le taux de conversion. Cela laisse donc à penser que la résine continuerait à polymériser après son passage dans la zone IR et qu'il faille donc conserver une ambiance chaude le plus longtemps possible.

• Optimisation du procédé de cuisson IR à Ecofia :

Optimisation pour chaque caractéristique du feuil :

Le Tableau 38 résume l'ensemble des niveaux de facteurs les plus adéquats pour l'optimisation de chacune des propriétés de la finition une à une (cf. Annexe T8).

Paramètres de cuisson IR (ECOFA)	Caractéristique de la finition				
	Adhérence	Rayure	Acétone	Taux de conversion	Rugosité
Epaisseur du feuil sec (µm)	A3= 160	A1= 100	A2= 130	A3= 160	A2= 130
Vitesse d'avance (m/min)	B2= 1,6	B1= 1,2	B1-B2= 1,4	B1= 1,2	B2= 1,6
Puissance lampe IR 1 (%)	C3= 60	C3= 60	C3= 60	C2= 50	C3= 60
Température IR1 (°C)	D1= 65	D3= 75	D1= 65	D1= 65	D3= 75
Puissance ventilation IR (%)	E1= 40	E1= 40	E1= 40	E3= 80	E3= 80
Nombre de fours IR	F3= 4	F3= 4	F3= 4	F3= 4	F3= 4
Puissance ventilation refroid. (%)	G1-G2= 70	G2= 80	G1-G2= 70	G1= 60	G2= 80

Tableau 38: Niveaux de facteurs optimaux pour les caractéristiques de finition optimales

Pour les poudres à fusion et polymérisation IR, contrairement à ce que nous verrons pour la technologie à polymérisation UV, il semble qu'il faille paramétrer les fours de telle sorte que la puissance des lampes soit forte à 65% (soit 19,5 kW.m² de puissance en moyenne) pour les 2 premiers fours IR et à 55% (puissance par four de 10 kW.m²) pour les 2 derniers fours IR, avec une température de 70°C, et 50% de ventilation seulement.

Par ailleurs, la période de cuisson doit être plutôt longue (vitesse d'avance plutôt faible égale à 1,4 m/min environ). Toutefois, nous avons pu observer qu'à de fortes puissances de lampes (60-70%), le bois et la poudre commencent à brûler au niveau du troisième et quatrième four (observation d'un dégagement de fumée accompagné par une forte odeur) pour de telles vitesses. Une observation à la loupe binoculaire montre un début de combustion de la finition (Figure 44).

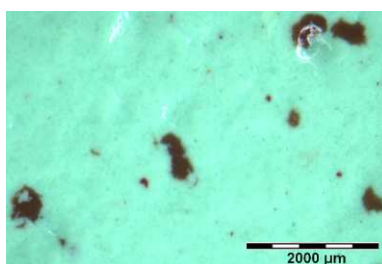


Figure 44: Peinture LB700 vert 674 en sur-cuisson

Aussi, nous avons pu mettre en évidence, grâce à un suivi thermique en surface d'une éprouvette avec le matériel d'acquisition *DataPack* et le logiciel d'analyse *EasyPack*, que la température maximale atteinte était bien trop élevée (environ 240°C), alors qu'elle était raisonnable lorsque la vitesse d'acheminement des pièces était de 2 m/min (environ 180°C) (cf. Annexe T9). Il est très important que le substrat ne soit pas chauffé au-delà de 200°C pendant une période trop longue car la thermo-dégradation des hémicelluloses et des lignines peut

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

entraîner une baisse de la qualité mécanique des panneaux. En particulier les matériaux à base d'essences feuillues sont moins stables à la chaleur que ceux à base de bois de résineux car ils contiennent plus de xylanes fortement acétylés dans leurs hémicelluloses. En effet, la cinétique de la thermo-dégradation est directement liée à la quantité d'acide acétique formé par la dégradation de ces molécules ^{[137], [138]}. Les composés volatils ainsi créés peuvent alors être à l'origine d'un bullage de la finition.

Par ailleurs, l'adhérence de la finition au substrat peut également être détériorée par une trop forte montée en température. La rugosité du subjectile affecte de manière positive l'adhérence mécanique des deux surfaces car elle augmente l'aire de contact totale entre le bois et le polymère. Une étude réalisée sur une espèce de pin noir traité thermiquement a ainsi montré que la rugosité de surface était diminuée par l'augmentation de la température et du temps de traitement. Cela pourrait donc expliquer en partie la faible adhérence entre la finition et le substrat en cas de surchauffe ^[139]. Cette diminution de propriétés mécaniques a d'ailleurs été montrée pour d'autres essences de bois mais on peut également rappeler l'effet de la hausse de température sur la baisse de la mouillabilité du substrat pour expliquer une possible baisse d'adhérence du feuillet dans ce cas là ^[140].

Il est cependant nécessaire de faire fonctionner les 3 ou 4 fours IR mis à disposition pour que les étapes de fusion et de polymérisation soient bien terminées avant que les pièces refroidissent. Un refroidissement plutôt progressif est souhaitable (ventilation inférieure ou égale à 80% de la puissance maximale des turbines, soit un renouvellement d'air maximal de 4544 m³/h).

Remarque : C'est la puissance des lampes IR qui semble être le paramètre le plus influent sur le taux de cuisson et donc la résistance de la finition. De plus, comme les résultats en termes de résistance physique et chimique ont été médiocres, nous avons pensé qu'il était nécessaire d'augmenter ce paramètre. Pour des raisons techniques, il n'est pas possible d'augmenter les puissances au-delà de 70-75% de la puissance maximale. Toutefois, en ôtant les plaques de céramique qui séparent les lampes IR des pièces poudrées, on peut gagner en puissance et aboutir à des courbes de températures modifiées (cf. Annexe T10). Les résultats présentés dans la suite du chapitre sont obtenus avec des essais sans vitre céramique.

Prévision des paramètres pour maximiser la désirabilité :

La fonction « profileur de prévision » nous a permis d'établir l'ensemble de la combinatoire qui maximise la désirabilité. Nous souhaitons donc maximiser la résistance à la rayure, à l'acétone et le taux de conversion de la finition, mais nous voulons minimiser la

cotation de l'adhérence et la valeur de Ra, en considérant que toutes les caractéristiques de la finition sont d'égale importance.

Le logiciel donne alors la combinatoire des paramètres de cuisson IR qui optimise la réponse globale, soit la qualité de la finition. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 39 et le compte-rendu du logiciel est en Annexe T8. Cette combinaison de facteurs permet d'obtenir une désirabilité de 0,83 ce qui est très acceptable.

Facteur de cuisson (ECOFIA)		Niveau
Fours IR	Vitesse d'avance	B2= 1,6 m/min
	Puissance lampe IR 1	C3= 60 %
	Puissance lampe IR 2	C3= 55 %
	Puissance lampe IR 3	C3= 50 %
	Puissance lampe IR 4	C3= 50 %
	Température IR	D3= 75 °C
	Puissance ventilation IR	E1= 40 %
	Nombre de fours IR	F3= 4
Tunnel de refroidissement	Puissance refroidissement	G2= 80 %

Tableau 39: Les valeurs optimales de cuisson de la poudre 700LB vert 674 grainé

IV.3.2 Cuisson d'une poudre IR+UV dans le domaine industriel

Les résultats des essais de cuisson IR+UV chez Ecofia sont donnés en Annexes U1, U2, U3, U4, U5 et U6.

• **Influence des paramètres de cuisson d'une poudre UV sur la qualité du feuil :**

Les résultats du criblage sont en Annexe U7. La Figure 45 donne le rapport t de Lenth qui représente l'influence des paramètres sur la réponse. Pour mémoire, si ce rapport est supérieur à 1,70, le paramètre a une influence sur la réponse.

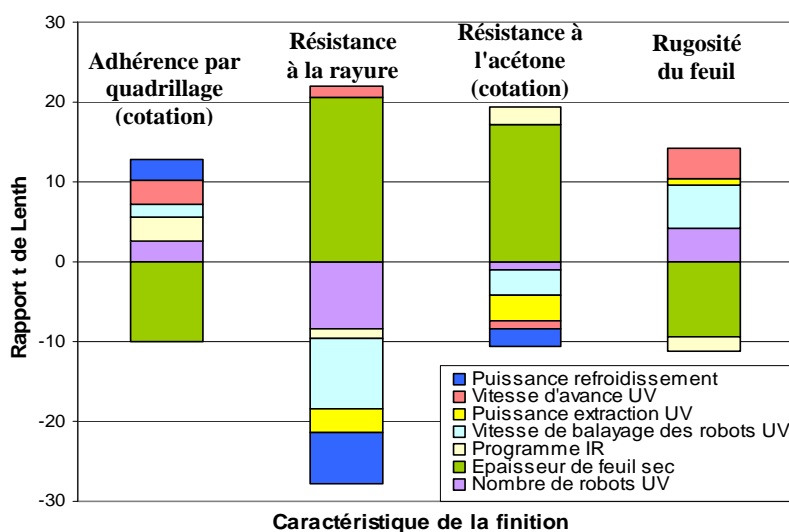


Figure 45: Influence des paramètres de cuisson IR+UV sur les caractéristiques du feuil

Le Tableau 40 présenté à la page suivante récapitule l'influence de chaque paramètre de cuisson étudié sur chacune des propriétés de la finition à polymérisation UV.

CUISSON IR +UV (ECOFIA)		Caractéristique de la finition				
		Adhérence	Rayure	Acétone	Rugosité	Taux de conversion
A	Nombre de robots UV	+ (2,54)	++ (8,47)	(1,05)	+ (4,27)	++++
B	Épaisseur de feuil sec (µm)	++ (10)	++++ (20,57)	+++ (17,26)	++ (9,43)	----
C	Programme IR	-(3,05)	(1,21)	+(2,1)	+(1,72)	----
D	Vitesse de balayage robots UV (%)	(1,53)	-- (8,77)	-(3,15)	-- (5,37)	++++
E	Puissance extraction UV (%)	(0,17)	-(3,02)	-(3,15)	(0,77)	----
F	Vitesse d'avance UV (m/min)	-(2,88)	(1,51)	(1,05)	-(3,7)	----
G	Puissance ventilation refroidissement (%)	-(2,54)	-- (6,35)	-(2,1)	(0,11)	----

Tableau 40: Résumé de l'influence des paramètres de cuisson IR+UV sur la qualité de finition

Il ressort que l'épaisseur de la finition a une forte influence sur l'ensemble des caractéristiques finales du feuil étudiées. Son augmentation a un impact positif sur toutes les propriétés de la finition. Le nombre de robots UV en fonctionnement sur la ligne de cuisson ainsi que leur vitesse de balayage jouent également un rôle important dans l'évolution de la qualité de finition. Nous remarquons que plus le nombre de robots augmente, plus les propriétés de la finition sont bonnes. Ceci semble normal, dans le cas d'une poudre qui polymérise sous rayonnement UV, que la qualité finale soit meilleure lorsque le rayonnement est plus intense. Par ailleurs, lorsque la vitesse de balayage des robots UV augmente, toutes les propriétés de finition sont abaissées. Ceci pourrait montrer qu'il faut ajuster la vitesse d'avance de la pièce en fonction de la vitesse de balayage des robots UV pour que le rayonnement soit optimal (modèle oscillatoire). Cela indiquerait, de plus, qu'il existe vraisemblablement un seuil de rayonnement au-delà duquel les caractéristiques de la finition sont dégradées.

Nous remarquons que le choix des paramètres dans la zone de fusion IR n'a pas une très grande influence. Ceci nous pousse à penser que pour une telle poudre UV, il suffit d'atteindre la fusion pour obtenir une qualité de finition convenable. Il est vrai que la zone de fusion sert à « étaler » la finition sur l'ensemble du substrat, mais c'est véritablement la polymérisation de la résine qui régit ses propriétés définitives.

Par ailleurs, on remarque que la puissance de ventilation des extracteurs UV n'a d'influence que sur les résistances à la rayure et à l'acétone et que son augmentation leur est défavorable. En ce qui concerne la vitesse d'avance dans la zone UV, nous voyons que son augmentation provoque généralement une diminution de la qualité de la finition (diminution de l'adhérence du feuil, de sa résistance à l'acétone et augmentation de la rugosité de surface). Ceci est un résultat tout à fait logique : si la pièce passe trop rapidement dans la zone de rayonnement, alors elle ne sera pas suffisamment polymérisée.

En outre, même si les puissances de ventilation dans le tunnel UV et dans la zone de refroidissement n'ont pas une forte influence sur la qualité finale de finition, nous pouvons cependant noter qu'une ventilation forte tend à abaisser les caractéristiques du feuil.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Le calcul des taux de conversion de la résine est disponible en Annexe U5. Comme précédemment, l'exploitation sur logiciel indique que tous les facteurs de cuisson IR+UV sont très influents sur le taux de conversion de la finition et qu'une augmentation de leur valeur fait généralement diminuer le taux de conversion (sauf le nombre et la vitesse de balayage des robots UV). C'est un résultat normal. Il apparaît logique que pour une poudre à polymérisation UV, une augmentation de l'épaisseur du feuil soit une entrave à une bonne polymérisation du feuil et qu'au contraire une augmentation du rayonnement l'augmente.

Remarque : Nous avons aussi réalisé une analyse en RMN du solide ou RMN ^{13}C pour déterminer d'une autre manière le taux de conversion d'une formulation poudre UV commerciale (cf. Annexe V). Cependant, même avec une formulation qui semble relativement simple, la détermination de la conversion ne semble pas envisageable selon cette méthode car les interprétations des spectres restent difficiles.

La poudre 340UV blanc 657 grainé (JA 37977FU) est traitée en deux étapes consécutives : la fusion puis la photopolymérisation. Cette technologie permet d'obtenir un film fondu homogène avant l'étape de réticulation. Le film résultant est ainsi plus lisse qu'une finition à cuisson thermique, comme le montre la Figure 46. L'ensemble des résultats de cartographie et des profils de rugosité de surface sont présentés en Annexe U6.

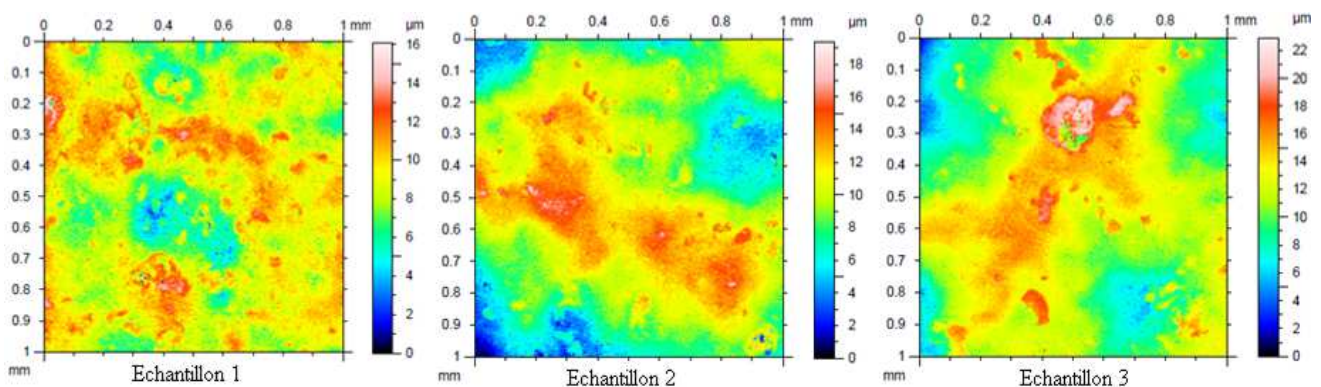


Figure 46: Cartographie de quelques échantillons couverts de la finition poudre 340UV blanc 657

• Estimation des niveaux de facteurs les plus influents :

Le compte-rendu de l'ajustement par JMP[®] est donné dans l'Annexe U8.

Adhérence du feuil sec au substrat :

D'après la Figure 47, le nombre de robots UV est un facteur relativement influent sur la résistance à l'arrachement d'une telle finition donc sur sa cuisson. La meilleure résistance à l'arrachement (cotation de l'adhérence entre 2,70 et 2,80) est obtenue avec 3 robots UV en fonctionnement. En dessous, la finition ne semble pas suffisamment polymérisée pour être résistante vis-à-vis de l'arrachement (cotation du test de 3,30 en moyenne). Nous voyons

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

également que plus la modalité du programme de fusion IR est élevée, plus la résistance à l'arrachement de la peinture est réduite. Pour mémoire, dans cet essai, la cotation évolue de manière inverse au rapport t de Lenth. Aussi, il n'est pas nécessaire de mettre en marche l'ensemble des fours IR. Il suffit d'appliquer le programme de cuisson IR n°2, c'est-à-dire avec une puissance des lampes aux alentours de 25-40% de la puissance maximale et une température à l'intérieur des fours de 65°C, pour que la fusion de la poudre soit telle que la finition polymérise correctement pour résister suffisamment aux contraintes mécaniques.

La ventilation des extracteurs contenus dans la zone UV n'a pas beaucoup d'influence sur l'adhérence de la finition, mais par souci d'économie d'énergie, nous pouvons préconiser la limite inférieure de puissance de ventilation, soit 60% de la valeur maximale (pas en dessous sinon le dégagement de l'ozone ne se fait pas correctement). La ventilation assurée par les turbines présentes dans le tunnel de refroidissement des pièces peut avoir une certaine influence dans le sens où plus la puissance de ventilation est élevée, plus le refroidissement est rapide et plus la résistance à l'arrachement diminue. Même si cette influence paraît minime, il faut privilégier un refroidissement plutôt lent et progressif avec une puissance des ventilateurs de 60%. Comme nous l'attendions, la vitesse optimale du convoyeur est inférieure à 2 m/min. Il semble qu'une vitesse d'environ 1,6 m/s soit la plus adéquate pour cuire au mieux ce type de finition.

Résistance à la rayure de la finition :

Pour ce genre de poudre, il semble qu'il soit absolument nécessaire de mettre en marche les 4 robots UV pour aboutir à la finition la plus résistante à la rayure. Nous pouvons alors penser que c'est un taux de polymérisation élevé qui permet de donner au feuil la caractéristique de résistance à la rayure. En revanche, il s'avère que plus la modalité du programme de fusion IR est faible, meilleure est la résistance à la rayure (programme de fusion IR n°1 : 2 fours en fonctionnement avec une puissance de lampes comprise entre 25 et 40% et une température de 65°C). Une fusion douce de la poudre semble améliorer la dureté du feuil et éviter un bullage lors d'une sur-cuisson. La vitesse de balayage du rayonnement UV doit aussi rester suffisamment lente (autour de 40% de la vitesse maximale des robots) pour que la résistance à la rayure soit maximale.

Nous voyons qu'il est nécessaire de maintenir une ventilation dans le tunnel UV médiane, de l'ordre de 80% de la puissance maximale. Une meilleure évacuation de l'ozone et un léger refroidissement de l'ambiance améliorerait donc cette propriété. Par ailleurs, le

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

graphique indique que la vitesse du convoyeur dans la zone UV doit être fixée à la valeur médiane de 1,6 m/min pour avoir une bonne résistance à la rayure.

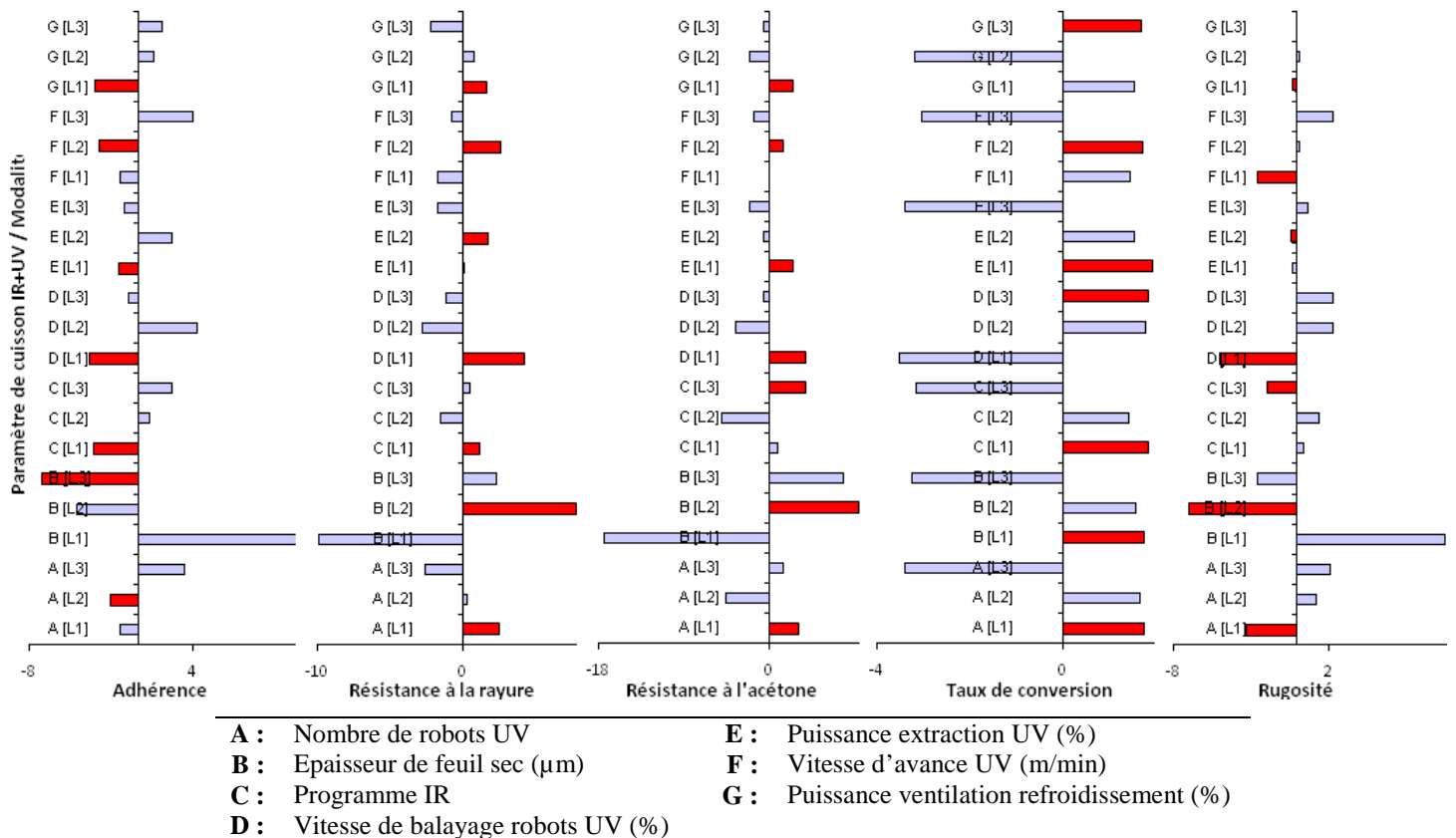


Figure 47: Estimation des coefficients codés pour chaque paramètre de cuisson IR+UV et ses modalités

Résistance vis-à-vis de l'acétone de la finition :

Comme pour la résistance à la rayure, la résistance à l'acétone est meilleure lorsque l'ensemble des 4 robots UV fonctionnent, même si ce paramètre n'est pas le plus influent pour cette propriété. En ce qui concerne l'étape de fusion de la poudre, il s'avère que le programme IR n°3 (puissance des lampes entre 50 et 60%, température ambiante de 75°C et ventilation de 80%) est le plus propice à l'obtention d'une meilleure résistance vis-à-vis de l'acétone.

La ventilation dans le tunnel UV, la vitesse de balayage des robots UV ainsi que la ventilation dans le tunnel de refroidissement doivent être réglées sur leur niveau le plus faible pour obtenir une bonne résistance à l'acétone, soit une ventilation minimale de 60% pour les extracteurs du compartiment UV, une vitesse de balayage à 40% de la vitesse maximale et une ventilation du tunnel de refroidissement à 60% de sa puissance maximale. En travaillant avec une vitesse de convoyage proche de 1,6 m/min, le rayonnement UV apporté à la pièce est suffisant et la chaleur ambiante permet un durcissement correct de la finition.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Etat de surface et rugosité du feuil sec :

Le graphique relatif à la rugosité de surface (à travers le seul paramètre Ra) de la finition indique que c'est lorsque la puissance de la lampe du four IR 1 est au niveau 3 que l'état de surface est le meilleur. Il faut donc privilégier une forte puissance des lampes, comprise entre 50 et 60% de la puissance maximale pour que la poudre fonde bien et s'étale correctement sur toute la surface. De plus, comme pour les autres caractéristiques, la mise en fonctionnement des 4 robots UV permet d'atteindre une rugosité faible. De même, il faut que la vitesse de balayage de ces robots soit assez faible (autour de 40% de leur vitesse maximale) et que la pièce poudrée circule très lentement (1,2m/min) pour recevoir un maximum de rayonnement.

Taux de conversion de la résine :

Nous pouvons voir que plus le nombre de robots augmente, plus le taux de polymérisation a tendance à augmenter. Cependant, il n'y a pas beaucoup de différence entre 3 et 4 robots UV. Nous pouvons donc penser que le taux de conversion est suffisant avec 3 robots qui irradiant la surface, le 4^{ème} ne modifiant plus le réseau chimiquement, mais plutôt physiquement pour améliorer les propriétés de la finition. De plus, le fonctionnement de seulement 3 robots UV est compensé par la vitesse de balayage qui est plutôt rapide et fixée autour de 60% de la vitesse maximale.

Le graphique montre également qu'il n'est pas nécessaire d'apporter une grande quantité de chaleur à la poudre durant sa fusion pour que son taux de conversion soit élevé. Le programme de cuisson IR n°1 est donc suffisant.

Il semble que la vitesse du convoyeur de la ligne de finition influe fortement sur le taux de conversion d'une telle finition. De manière évidente par la lecture du graphique, nous pouvons voir que le taux de conversion est meilleur (60 à 90%) lorsque la vitesse est faible, soit 1,2 et 1,6 m/min, alors qu'elle chute pour des vitesses plus élevées (2 m/min). Plus la pièce à peindre circule lentement dans les éléments de polymérisation, mieux elle polymérise. Aussi, la ventilation du tunnel UV doit être la plus faible possible (60%) pour garantir un meilleur taux de réticulation de la résine. Par contre, la puissance de ventilation dans le tunnel de refroidissement doit être, semble-t-il de 100% de sa puissance maximale.

En ce qui concerne l'épaisseur de feuil sec, les résultats indiquent que c'est à plus faible épaisseur que le meilleur taux de réticulation est obtenu. Ceci semble logique puisque la poudre étant opaque, les particules de finition les plus profondes reçoivent moins d'énergie pour polymériser que celles situées en surface. C'est pour cette raison qu'il est important

d'irradier les finitions opaques avec des longueurs d'ondes plus grandes que celles employées pour la polymérisation des vernis.

• **Optimisation de la cuisson IR+UV Ecofia :**

Cuisson optimale pour chaque caractéristique du feuil :

Le Tableau 41 rassemble les niveaux de facteurs optimaux pour l'obtention des meilleures caractéristiques de la finition (par lecture de la Figure 47).

Paramètres de cuisson IR+UV (ECOFIA)	Caractéristique de la finition				
	Adhérence	Rayure	Acétone	Taux de conversion	Rugosité
Nombre de robots UV	A2= 3	A1= 4	A1= 4	A1-A2= 3-4	A1= 4
Epaisseur de feuil sec (µm)	B3= 160	B2= 130	B2= 130	B1= 100	B2= 130
Programme IR	C1= 1	C1= 1	C3= 3	C1= 1	C3= 3
Vitesse de balayage robots UV (%)	D1= 40	D1= 40	D1= 40	D3= 60	D1= 40
Puissance extraction UV (%)	E1= 60	E2= 80	E1= 60	E1= 60	E1-E2= 70
Vitesse d'avance UV (m/min)	F2= 1,6	F2= 1,6	F2= 1,6	F2= 1,6	F1= 1,2
Puissance ventilation refroidissement (%)	G1= 60	G1= 60	G1= 60	G3= 100	G1= 60

Tableau 41: Niveaux de facteurs de cuisson IR+UV optimaux pour les propriétés de finition optimales

Ce qui paraît le plus important pour la cuisson de la poudre à polymérisation UV, c'est le niveau de fusion de la poudre. Il doit être suffisant pour que le tendu de la surface soit bon et que la résine puisse correctement polymériser, mais sans être trop élevé pour que la résine ne brûle pas ni ne dégaze. Il faut donc préconiser une puissance de lampes IR moyenne (entre 25 et 40% de la puissance maximale, soit 0,8 à 1kW pour chaque lampe verticale et 1,6 à 2kW pour les lampes horizontales) sur seulement 2 voire 3 fours si la vitesse d'avance est lente (inférieure à 1,6 m/min), soit une puissance de rayonnement totale de 6 kW/m² environ par four.

Nous avons pu remarquer au cours des expériences que certaines finitions n'étaient pas fondues (ni polymérisées) lorsque le taux de rayonnement IR était trop insuffisant (20 à 30% de la puissance maximale des lampes avec seulement 2 fours IR en fonctionnement). La Figure 48 montre clairement que la poudre n'a pas pu fondre par manque d'apport de chaleur et qu'elle n'adhère pas au substrat qui reste visible.

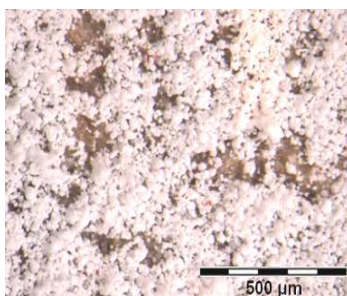


Figure 48: Poudre 340UV blanc 657 en sous cuisson

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

De plus, il semble que le taux de rayonnement UV soit primordial pour la bonne polymérisation de la finition. L'allumage de l'ensemble des 4 robots UV (soit $1,68 \text{ kW.cm}^{-1}$) est conseillé pour éclairer au maximum la finition car de toute façon, une surexposition ne détériore pas la finition.

Prévision des paramètres pour maximiser la désirabilité :

Pour maximiser de manière égale la résistance à la rayure, à l'acétone et le taux de conversion de la finition, tout en minimisant la cotation de l'adhérence, et la valeur de Ra, le logiciel donne alors la combinatoire des paramètres de cuisson IR+UV décrite dans le Tableau 42 (compte-rendu du logiciel est Annexe U9). Nous obtenons alors une désirabilité de 0,83.

	Paramètres de cuisson (ECOFIA)	Niveau
Fours IR	Vitesse d'avance IR	C1= 1,2 m/min
	Puissance lampe IR 1	C1= 35 %
	Puissance lampe IR 2	C1= 30 %
	Puissance lampe IR 3	C1= 25 %
	Puissance lampe IR 4	C1= 25 %
	Température IR	C1= 65 °C
	Puissance ventilation IR	C1= 40 %
	Nombre de fours IR	C1= 2-3
Tunnel UV	Nombre de robots UV	A1= 4
	Vitesse de balayage robots UV	D1= 40 %
	Puissance extraction UV	E1= 60 %
	Vitesse d'avance UV	F1= 1,2 m/min
Tunnel de refroidissement	Puissance ventilation refroidissement	G1= 60 %

Tableau 42: Les valeurs optimales de cuisson IR+UV de la poudre 340UV blanc 657

Une étude semblable (basée sur la même méthodologie) a été réalisée avec l'installation *Giardina*, située au *CrittBois* pour connaître l'influence d'autres paramètres de cuisson IR (cf. ensemble de l'Annexe W) et IR+UV (cf. ensemble de l'Annexe X) et optimiser la qualité de finition. Le lecteur peut consulter les annexes associées en fin de manuscrit.

IV.3.3 Application des paramètres de cuisson optimaux à d'autres poudres

Les combinaisons de facteurs de cuisson déterminés précédemment sont adaptées aux poudres de référence (700LB vert 674 et 340UV blanc 657). Nous souhaitons savoir si d'autres poudres opaques des séries 700LB (hybride époxy-polyester), 100LB (pur époxy), 340UV (polyester insaturé) et 640UV (uréthane acrylates/polyester insaturé cristallin) se comportent de la même manière. Nous les avons appliquées sur le MDF dense dans des conditions nécessaires à l'obtention d'une épaisseur de feuil proche de $100 \mu\text{m}$.

Nous avons ensuite caractérisé les principales propriétés du feuil comme précédemment pour évaluer la qualité de finition.

• Résultats généraux sur les propriétés des finitions :

Tous les résultats sont groupés dans les Annexes T11, U10, W10 et X10. La Figure 49 récapitule les résultats pour la résistance à la rayure, l'adhérence et la résistance à l'acétone des différentes finitions testées. La Figure 50 présente les résultats des taux de conversion.

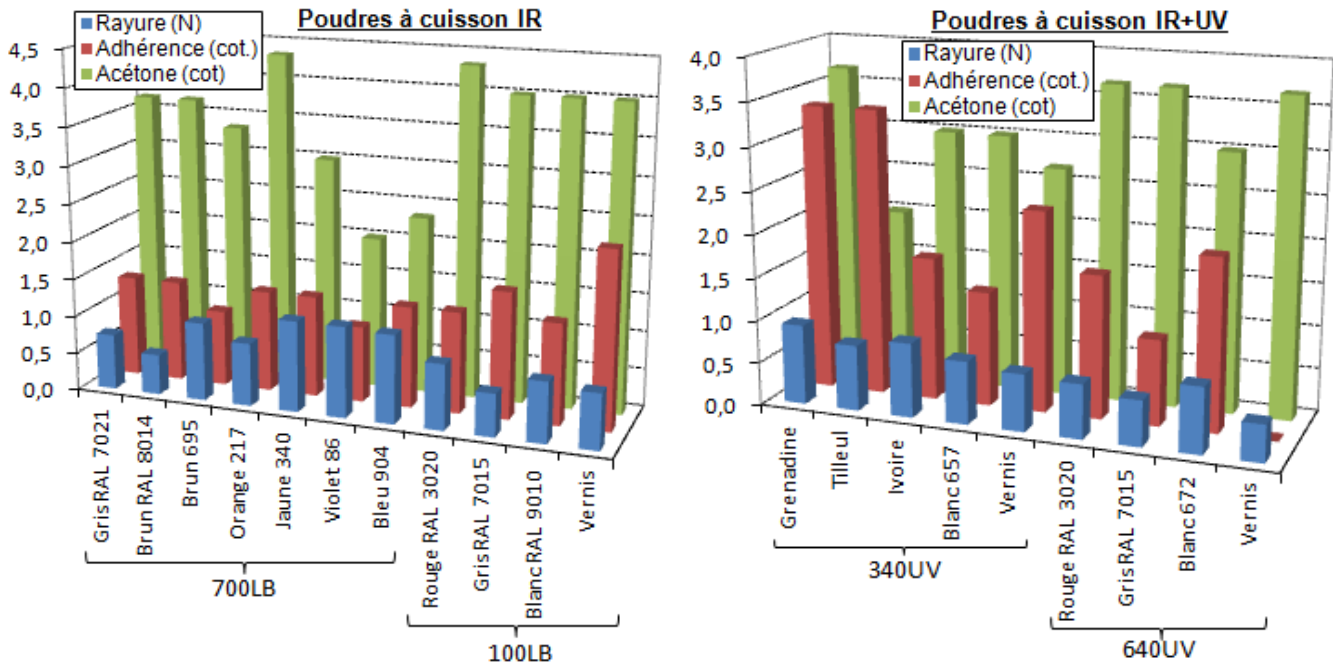


Figure 49: Histogrammes comparatifs de la qualité de finition suivant la nature de la résine et la couleur de la poudre

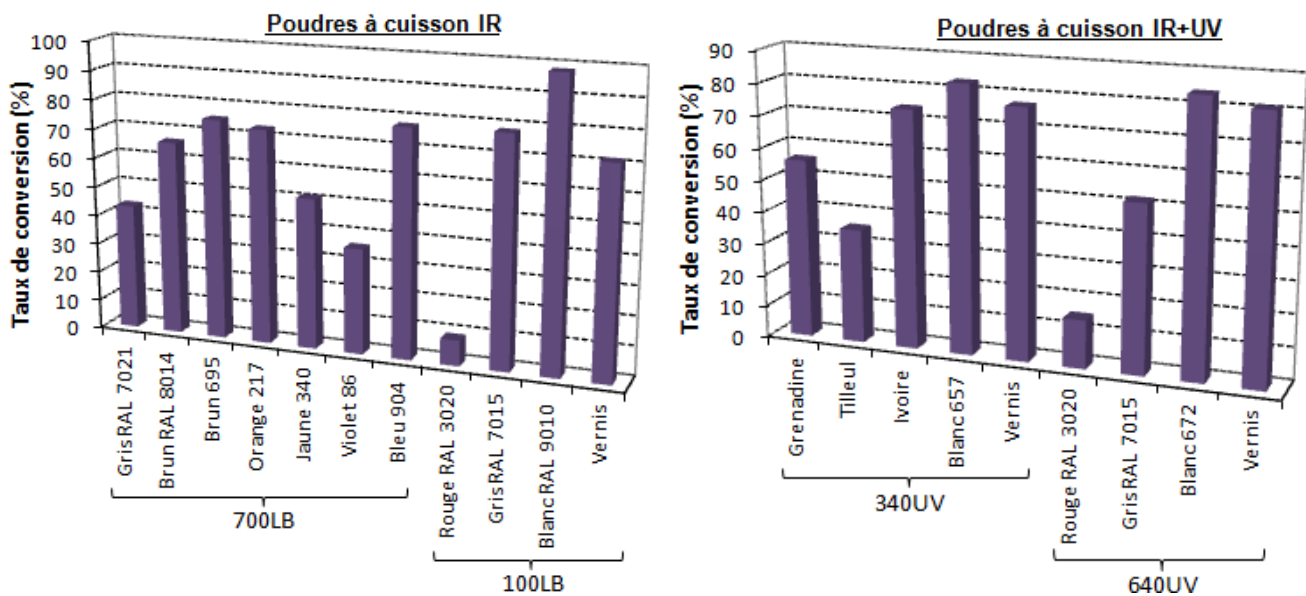


Figure 50: Histogramme comparatif des taux de réticulation des poudres

• Analyse des résultats des tests de finition :

Poudres à cuisson IR :

L'historgramme concernant la cuisson IR indique que les tests d'adhérence sont assez satisfaisants en général pour l'ensemble des poudres testées car la cotation est toujours proche

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

de 1 et ne dépasse jamais 2. La moins bonne adhérence au substrat est obtenue pour le vernis 100LB. En revanche, la résistance à la rayure reste assez faible pour toutes, puisqu'on ne dépasse que rarement la force de 1N avant que la finition ne soit rayée. Cette faiblesse semble donc une caractéristique à améliorer dans toutes les formulations (surtout les poudres à base d'époxy purs), quel que soit le coloris. Par ailleurs, la résistance à l'acétone est convenable (cotation des essais entre 3 et 4 généralement), avec une moins bonne résistance pour le violet et le bleu (700LB). D'après ce résultat, il semblerait aussi que les résines 100LB résistent mieux à ce solvant que les résines 700LB.

Concernant les taux de conversion, nous avons pu voir que la réticulation des poudres comme le jaune, le gris et le violet était faible (entre 30 et 50 %) par rapport à d'autres coloris. Aussi, nous pouvons dire que les taux de conversion des poudres 700LB est généralement moins élevé que celui des poudres 100LB. Cela confirme en partie les résultats obtenus en termes de résistance à l'acétone, précisés plus haut. Nous pouvons donc penser que les deux types de résines n'ont pas réagi de la même manière bien que recevant la même quantité de chaleur pour polymériser. Il semble donc que les poudres dont la résine est uniquement composée de fonctions époxydiques ne nécessitent pas autant de chaleur que les résines hybrides époxy-polyesters pour réticuler de manière identique.

Poudres à cuisson IR+UV :

Il semblerait que les poudres 340UV à base uniquement de polyester insaturé résistent un peu moins bien à l'acétone que les poudres 640UV à base d'uréthane acrylate/polyester insaturé cristallin (cotation pratiquement toujours comprise entre 3 et 4).

De la même manière, nous observons que l'adhérence des feuillets à base de résine 640UV est meilleure que celle des 340UV. Le vernis 640UV adhère vraiment beaucoup mieux au substrat que le vernis 340UV, là encore, vraisemblablement en raison de la différence de nature des résines mises en oeuvre. Lors du passage dans le four à lampes catalytiques, la fusion des poudres 640UV pourrait être plus importante que celle des 340UV, permettant alors une meilleure pénétration à la surface du substrat, d'où un ancrage mécanique accru. Cependant cette hypothèse mériterait confirmation par des essais supplémentaires. On peut également noter que c'est le blanc et l'ivoire qui adhèrent le mieux au MDF dans la catégorie des poudres 340UV.

De façon générale, les poudres 340UV semblent avoir une résistance à la rayure légèrement meilleure que celle des poudres 640UV. Cela peut être en partie dû au fait que ces dernières ont un aspect plus tendu et plus lisse, ce qui laisse davantage voir les traces de rayure

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

que les autres qui sont plus souvent moins lisses et peut-être plus souples en raison de leur nature chimique. Au sein des poudres 640UV, le blanc a la meilleure résistance à la rayure alors que le gris et le vernis ont des résultats moyens (mais plutôt bons par rapport à tous les essais effectués).

Par ailleurs, l'histogramme de la Figure 50 montre encore une fois une certaine incohérence des résultats obtenus par la méthode FTIR car la valeur des taux de conversion ne semblent pas correspondre à la cotation obtenue pour le test de résistance à l'acétone. Même si d'un point de vue industriel, on a tendance à corréler résistance à l'acétone et taux de conversion, il faut s'intéresser davantage à la fonctionnalité de la résine (celle des 640UV étant plus importante que celle des 340UV).

• Conclusion sur l'influence de la poudre sur la qualité de finition :

Nous avons pu montrer que les résultats sont assez disparates d'une poudre à l'autre, surtout au niveau de la résistance à l'acétone pour les 2 technologies de cuisson.

On remarque notamment que ce sont les poudres de couleurs claires qui ont la moins bonne résistance vis-à-vis de l'acétone (bleu clair, violet clair, jaune, ivoire, tilleul et blanc). Or, le test à l'acétone est représentatif du taux de conversion des résines. On peut alors penser que les couleurs contenant des pigments et colorants clairs nécessitent un niveau de cuisson plus élevé que celui des couleurs foncées (ces dernières réfléchissent moins et absorbent plus le rayonnement). Il est d'ailleurs connu que certains pigments, notamment ceux donnant les couleurs jaune et orange peuvent entrer en compétition avec les photoamorceurs lors de la polymérisation sous lumière UV.

Il semble également que pour les poudres à polymérisation thermique, les résines à base d'époxy (100LB) sont généralement mieux réticulées que les résines hybrides époxy-polyester (700LB), sauf exception. De même, pour les poudres à polymérisation UV, les résines composées de molécules uréthanes-acrylates/polyesters (640UV) sont généralement plus réticulées que les résines à base de polyesters insaturés (340UV).

V. CONCLUSION

Les premiers travaux expérimentaux réalisés sur la ligne industrielle d'Ecofia ont permis d'étudier la quantité de poudre déposée sur 3 types de substrats (MDF conducteur, standard et dense) en fonction du débit de poudre, du débit d'air, de l'intensité du courant électrique, de la tension, de la distance des pistolets par rapport au substrat, de leur vitesse de balayage et du nombre de contre-électrodes. Les autres paramètres tels que l'étape de préchauffage, la vitesse

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

du convoyeur et le type de poudre (Interpon 700LB vert 674) étaient constants. Il a été montré que les facteurs les plus influents sont le nombre de contre-électrodes, le débit de poudre et la tension du courant électrique. Ce sont donc sur ces facteurs qu'il faut jouer en priorité pour contrôler le grammage de poudre.

Cependant, l'étude réalisée de manière similaire sur l'installation de poudrage du *CrittBois* (non reportée ici, voir Annexe K) a permis de montrer qu'il s'agit toujours d'un processus complexe qui nécessite d'être ajusté selon le type d'installation, de ses contraintes propres ainsi que de la production (principe du sur-mesure).

La relation grammage/épaisseur de feuil sec a ensuite été établie pour les 3 types de MDF et pour du panneau multiplis de bouleau, puis les paramètres de poudrage ont été optimisés avec la poudre de référence pour obtenir un film de finition sec de 100 μm (épaisseur de film généralement recommandée par les fabricants de finitions poudres).

Les paramètres de poudrage optimisés avec la poudre de référence ont été testés avec différentes poudres. Nous avons montré que pour le MDF dense, le grammage était inférieur pour les poudres claires, alors qu'il était équivalent pour les couleurs foncées et plus élevé pour les vernis à polymérisation UV. Pour le multiplis de bouleau, la poudre jaune n'a pas permis d'obtenir un grammage satisfaisant, contrairement aux autres systèmes pour lesquels le dépôt de poudre est équivalent voire plus élevé.

Ces essais ont pu montrer les effets de la granulométrie de la poudre et de la porosité du substrat. Les poudres à cuisson thermique ont des tailles de particules plus importantes que celles des poudres à polymérisation UV (respectivement 40-50 et 30-40 μm). Par ailleurs, nous avons pu observer une influence de la nature de la résine sur la fluidité de la poudre et donc sa facilité à être pulvérisée.

En outre, une étude comparée des méthodes d'application de la poudre par des pistolets corona et triboélectrique (non reportée) a montré que le taux de transfert est meilleur pour le pistolet corona lorsque la quantité de poudre à appliquer est faible et inversement. Aussi, les paramètres de poudrage les plus influents pour le pistolet corona sont le débit de poudre et le débit d'air, alors que pour le pistolet triboélectrique, ce sont la pression d'air d'injection et la pression d'air de dilution. Ce sont donc sur ces facteurs qu'il faut jouer en priorité pour contrôler le grammage de poudre. L'élaboration de la relation grammage de poudre-épaisseur de feuil a montré qu'il fallait déposer un peu plus de poudre avec le pistolet corona pour obtenir la même épaisseur finale. Cela est certainement dû au fait que le pistolet permet de mieux recouvrir les chants des pièces que le pistolet triboélectrique.

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

Une étude préliminaire (reportée en Annexes K et L) a été effectuée au *Critt Bois* afin de déterminer les principaux paramètres du substrat qui pourraient influencer le poudrage et la qualité de la finition. Les paramètres étudiés étaient : la nature de substrat (MDF standard, MDF traité M1, OSB, panneaux de particules, bois d'épicéa, bois de mélèze traité thermiquement), l'épaisseur, l'humidité, la densité, la présence d'un usinage et l'état de surface (rugueux / lisse), tout en gardant les mêmes conditions de poudrage et de cuisson pour l'ensemble des essais. Pour observer les effets de ces différents paramètres, la quantité de poudre déposée et l'épaisseur finale ainsi que les caractéristiques d'aspect du feuil ont été déterminées. Les résultats obtenus ont montré que les facteurs les plus influents sont la densité et l'humidité du matériau.

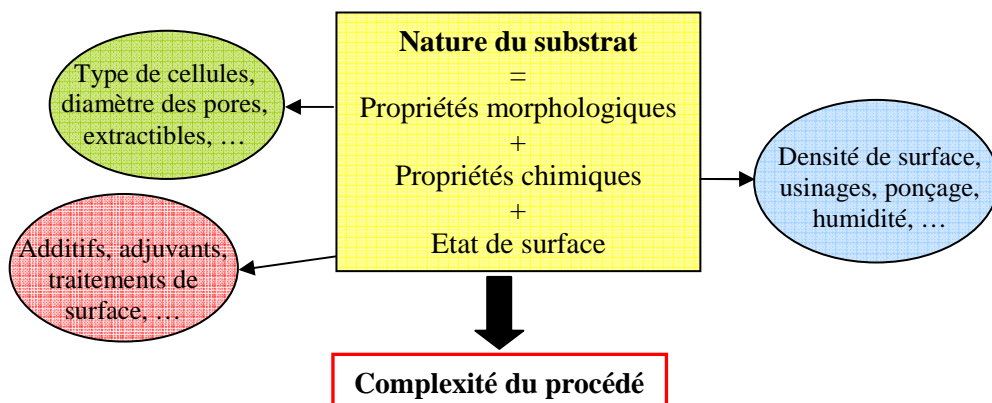
Principaux résultats sur les substrats

- Les facteurs les plus influents sur le grammage de poudre et la qualité de finition sont l'humidité du substrat, son épaisseur et son ponçage.
- Le préchauffage n'est pas toujours utile sauf pour les matériaux peu conducteurs et épais (peu denses).
- Le traitement ignifuge améliore la conductivité électrique du substrat.

Facteurs optimaux

- $6\% < H < 11\%$
- $8\text{ mm} < \text{largeur usinage} < 12\text{ mm}$
- $1/4 < \text{profondeur usinage} < 1/2 \text{ épaisseur}$
- $P80 < \text{ponçage} < P150$

Nous avons vérifié que nos résultats sont en accord avec les données bibliographiques qui préconisent une humidité optimale des substrats entre 5 et 9% pour le poudrage. Cependant, le procédé demeure complexe car la nature du substrat dépend à la fois de sa morphologie, de sa composition chimique (elle-même dépendante des traitements dans la masse ou de surface) et de son état de surface (induit ou apporté par un usinage).



Ces conclusions ont été vérifiées dans l'étude plus approfondie des paramètres du substrat, mais celle-ci a révélé la difficulté qu'il pouvait y avoir à l'optimisation du procédé pour l'ensemble des substrats. Nous avons pu mettre en évidence, en particulier, la grande

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

influence de la composition chimique des bois massifs. Aussi, même en modifiant de nombreuses fois les paramètres de préparation avant poudrage, certains substrats comme les bois tropicaux sont réfractaires à une application de finition poudre. Encore une fois, nous avons mis en évidence certaines limites du procédé et montré qu'il s'agit là d'une véritable mise en œuvre sur-mesure.

L'étude du ponçage des échantillons a montré qu'il améliore la relation grammage de poudre-épaisseur de feuil sec pour la majorité des substrats. Néanmoins, même si le ponçage améliore l'état de surface, il peut avoir un impact défavorable sur le poudrage de certains substrats (surtout MDF) suite à l'élimination de matière dense.

Il semblerait que le préchauffage des substrats avant poudrage n'ait pas d'influence sur le grammage de poudre pour des échantillons qui sont déjà aptes à recevoir beaucoup de poudre (densité et humidité élevées et état de surface homogène) ou pour des substrats qui sont très hétérogènes en surface (OSB, panneau de particules).

L'étude en Annexes K et L a conduit aux observations suivantes. Les panneaux de MDF usinés sont plus difficiles à poudrer que des substrats non usinés car l'usinage modifie localement la conductivité. Sur des panneaux usinés, l'ajout de primaire nécessite absolument un préchauffage afin que la qualité de finition soit convenable. Pour ces mêmes substrats, l'application de deux couches de finition (primaire ou peinture) améliore l'état de surface du feuil. La meilleure des solutions est d'appliquer seulement deux couches de peintures, sans aucun préchauffage.

Dans l'étude de la cuisson, deux poudres (*Interpon 700LB vert 674* et *Interpon 340UV blanc 657*) ont été appliquées sur du MDF dense, puis les caractéristiques du revêtement ont été évaluées après « cuisson » par des mesures d'épaisseur du feuil sec, du taux de réticulation de la résine déterminé par FTIR et par des tests d'adhérence, de résistance à la rayure et à l'acétone.

Les principaux facteurs qui influent sur la qualité de finition ont ainsi été déterminés. Il s'agit de la puissance des lampes IR et du temps passé dans la zone de fusion/polymérisation thermique (facteurs qui contrôlent la quantité d'énergie) pour les poudres thermiques et principalement le nombre de lampes UV pour les poudres à polymérisation UV. L'optimisation des différents facteurs a ensuite permis de déterminer les réglages optimaux des facteurs de cuisson pour les deux types de technologie, prenant en considération les contraintes

industrielles visant à réduire au maximum les coûts énergétiques. De façon assez générale, la technologie UV paraît la plus attractive.

Principales différences entre les technologies IR et IR+UV

- Puissance des lampes IR plus faible pour la technologie IR+UV
- Température des zones IR inférieure pour la technologie IR+UV
- Moins de fours IR en fonctionnement pour la technologie IR+UV
- Nombre de sources UV en fonctionnement maximal: dose UV suffisante
- Puissance de refroidissement moins importante pour la technologie IR+UV

Des analyses de surface par profilométrie optique ont aussi montré que l'état de surface du feuil sec (rugosité) est fortement dépendant du taux de « cuisson » d'une finition poudre. Il est également fortement lié à la nature des poudres et leur granulométrie. De plus, les finitions poudres sont naturellement plus texturées que les finitions liquides, ce qui donne un aspect de surface plus rugueux (cette rugosité peut être modifiée par l'introduction d'agents de texture dans les formulations).

Finalement, à travers cette étude globale du procédé et en lien étroit avec les contraintes industrielles liées aux demandes de la clientèle, nous sommes parvenus à appliquer des poudres sur du MDF, des panneaux dérivés du bois et du bois massif et en général, à obtenir une belle qualité de finition. De façon globale, les poudres UV ont donné meilleure satisfaction et ce sont d'ailleurs elles qui sont préférentiellement mises en œuvre dans l'industrie. Cependant, comme nous l'avons vu, même si la polymérisation ou réticulation sous rayonnement UV présente de nombreux avantages par rapport à une polymérisation thermique « traditionnelle » et ce, d'un point de vue énergétique, économique, écologique et technique, les lampes UV à vapeur de mercure dont sont équipés la plupart des dispositifs industriels présentent des inconvénients : émission de rayonnement UV-C particulièrement nocif et émission d'ozone. Le développement de finition poudre polymérisant ou réticulant sous lumière visible permettrait de limiter ces risques.

C'est dans ce cadre que s'inscrit le 2^{ème} thème du projet Poudraboïs, ayant fait l'objet d'une thèse intitulée « *Revêtements poudres UV : mécanismes de polymérisation et étude des relations structure/propriétés* » et réalisée par Vanessa Maurin. Les travaux réalisés par le LPIM ont permis d'acquérir les connaissances et les méthodologies pour développer des systèmes poudres polymérisant sous une irradiation monochromatique (sous LED 395 nm) à température contrôlée ou sous le double effet de la chaleur et du rayonnement UV (résine « dual-cure »). Cette technologie offre des conditions d'irradiation « douces », idéales pour le

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCEDE

traitement de substrats sensibles à la chaleur ainsi que pour la sécurité des opérateurs. Les résultats obtenus s'avèrent intéressants en comparaison de ceux obtenus sous irradiation polychromatique. Le taux de conversion final et la vitesse maximale de polymérisation restent élevés dans ces nouvelles conditions d'irradiation ^[141]. Une étape de « post chauffage » peut en outre accroître le taux de conversion.

Dans une autre partie de cette thèse, l'incorporation de composés de type acrylate de fonctionnalité croissante (mono, di, tri et tétra acrylate) a permis d'augmenter significativement la réactivité des systèmes classiques à température relativement faible (forte augmentation des vitesses de polymérisation et des taux de conversion) ainsi que la densité du réseau. Les résultats obtenus s'avèrent donc très intéressants, plus particulièrement lorsque les revêtements finaux doivent présenter des résistances mécaniques et chimiques élevées.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [110] Roux M-L. Finitions poudres : les possibilités actuelles en ameublement. Brèves du CTBA, n°36 (octobre 2006), 4 pages
- [111] Rougié A. Mise en place d'une ligne de finition poudre et réalisation d'essais. Rapport de stage ENSTIB (juin 2005)
- [112] Lihra T. La finition en poudre du bois, Forintek Canada Corp., La valeur au Bois, Profil Technologique TP-04-02E (mars 2004)
- [113] Goupy J., Creighton L. Introduction aux plans d'expériences, 3^{ème} édition, Ed. Dunod, Paris (2006)
- [114] Souvay P. http://www.iufmrese.cict.fr/catalogue/Taguchi/Journees_Taguchi_1.pdf
- [115] Mazumder M.K., Sims R.A., Biris A.S., Srirama P.K., Saini D., Yurteri C.U., Trigwell S., De S., Sharma R. Twenty-first century research needs in electrostatic processes applied to industry and medicine. *Chemical Engineering Science* 61 (2006) 2192-2211
- [116] Pettersen R. The Chemistry of solid wood, chapter 2 : Chemical composition of wood, Ed. R.M. Rowel, 1984
- [117] Rowell R.M., Pettersen R., Han J.S., Rowell J.S., Tshabalala M.A. Handbook of wood chemistry, chapter 3 : Chemical composition of wood, Ed. R.M. Rowel, 2005
- [118] Goupy J.L. Etude comparative de divers plans d'expériences. *Revue de Statistique Appliquée* 38 (4) (1990), 5-44
- [119] NF EN ISO 2808 (avril 2007) : Peintures et vernis - Détermination de l'épaisseur du feuil
- [120] NF EN ISO 2409 (août 2007) : Peintures et vernis - Essais de quadrillage
- [121] NF EN 60 050 (déc. 2002): Ameublement - Méthodes générales d'essai des finitions
- [122] NF EN 12720 (déc. 1997): Meubles - Evaluation de la résistance des surfaces aux liquides froids
- [123] NF EN 438-2 (juillet 2005) : Stratifiés décoratifs haute pression (HPL) - Plaques à base de résines thermodurcissables (communément appelées stratifiés) - Partie 2 : Détermination des caractéristiques
- [124] XP CEN/TS 15186 (juillet 2006) : Ameublement - Evaluation de la résistance de la surface à la rayure
- [125] Houberton, M., Patin M. Revêtement des surfaces bois avec des produits poudreux. Rapport de projet de fin d'études ENSTIB, Epinal (2006)
- [126] Mazumder M.K., Wankum D.L., Sims R.A., Mountain J.R, Chen H., Pettit P., Chaser T. Influence of powder properties on the performance of electrostatic coating process. *Journal of electrostatics* 40&41 (1997) 369-374
- [127] Bailey A.G. The science and technology of electrostatic powder spraying, transport and coating. *Journal of Electrostatics* 45(1998) 85-120
- [128] Thomas A., Saleh K., Guigon P., Czechowski C. Tribocharging behaviour of automotive powder coatings. *Journal of Physics: Conference Series* 142 (2008) IOP Publishing Ltd, 6 pages
- [129] Manninen A. M., Pasanen P., Holopainen J.K. Comparing the VOC emissions between air-dried and heat-treated Scots pine wood, *Atmospheric Environment* 36 (2002) 1763-1768
- [130] Mohammed-Ziegler I., Oszlanczi A., Somfai B., Horvölgyi Z., Paszli I., Holmgien A. et al. Surface free energy of natural and surface-modified tropical and European wood species. *Journal of Adhesion Science and Technology* 18(6) (2004) 687-713
- [131] Stevanovic T. Chimie du bois, chimie des constituants végétaux (2011). Disponible sur <http://www.ggr.ulaval.ca/cours/CHM-7900/Fichiers-7900/Chimie%20du%20bois-CHM-2900-hiver%202011.pdf>
- [132] Dossot M., Sylla M., Allonas X., Merlin A., Jacques P. Fouassier J-P. Role of phenolic derivatives in the photocuring of an acrylate wood coating. *Journal of Applied Polymer Science* 78(12) (1999) 2061-2074

CHAPITRE 1 : ETUDE DU PROCÉDE

- [133] Probst F., Laborie M-P., Pizzi A., Merlin A., Deglise X. Molecular mechanics/experimental methods applied to varnish/primer/wood interactions. *Holzforschung* 51(2) (1997) 459-466
- [134] www.lne.fr/fr/actualités/pdf/meubles-rembourrés-toxicité_ignifugeants-Etat-de-l-art.pdf
- [135] Benoit Y. Le guide des essences de bois ; 74 essences, les choisir, les reconnaître, les utiliser, FCBA, Ed. Eyrolles, 2ème édition, 2008
- [136] Richter H. G. et Dallwitz M. J. 2000 onwards. Commercial timbers: descriptions, illustrations, identification, and information retrieval. Version: 25th June 2009, <http://delta-intkey.com/>
- [137] Chaouch M., Pétrissans M., Pétrissans A., Gérardin P. Use of wood elemental composition to predict heat treatment intensity and decay resistance of different softwood and hardwood species. *Polymer degradation and stability* 95 (2010) 2255-2259
- [138] Nguila Inari G., Mounquengui S., Dumarçay S., Pétrissans M., Gérardin P. Evidence of char formation during wood heat treatment by mild pyrolysis. *Polymer Degradation and Stability* 92 (2007) 997-1002
- [139] Gündüz G., Korbut S., Korbut D. S. The effects of heat treatment on physical and technological properties and surface roughness of Camiyani Black Pine (*Pinus nigra* Arn. Subsp. *pallasiana* var. *pallasiana*) wood, *Bioresource Technology* 99 (2008) 2275-2280
- [140] Hakkou M., Pétrissans M., Zoulalian A., Gérardin P. Investigation of wood wettability changes during heat treatment on the basis of chemical analysis, *Polymer Degradation and Stability* 89 (2005) 1-5
- [141] V. Maurin. Revêtements poudres UV: mécanismes de polymérisation et étude des relations structure / propriétés. Thèse, Université de Haute Alsace, 2012

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION POUDRE-SUBSTRAT

I. INTRODUCTION	122
II. MATERIELS ET METHODES	122
II.1 La tomographie par Rayons X.....	122
II.2 Description des échantillons	124
II.2.1 Etude des finitions polymérisées	124
II.2.2 Etude des finitions poudres en cours de polymérisation.....	125
II.3 Analyse des images	126
II.3.1 Epaisseur de finition et profondeur de pénétration	126
II.3.2 Extraction de surface en 3D et rugosités de la finition.....	128
II.4 Essais de mouillabilité des substrats.....	129
III. ETUDE DES FINITIONS CUITES SUR DIFFERENTS SUBSTRATS	129
III.1 Les épaisseurs de feuil sec.....	129
III.2 Comparaison VG Studio max et Image J sur la pénétration de la finition.....	130
III.3 Pénétration des finitions dans les substrats.....	131
III.4 Discussion sur la pénétration des finitions liquides.....	132
III.4.1 Approche par l'étude de la mouillabilité des substrats	132
III.4.2 Influence de la composition chimique des bois	135
III.4.3 Approche par les propriétés physiques des substrats.....	135
III.5 Discussion sur la pénétration des finitions poudres.....	138
III.5.1 Influence de la viscosité des finitions	138
III.5.2 Influence de l'anatomie du substrat et de la granulométrie des poudres	138
IV. ETUDE DE LA FINITION POUDRE EN COURS DE CUISSON	139
IV.1 Résultats de l'imagerie RX.....	139
IV.1.1 Etude à temps de cuisson court	141
IV.1.2 Temps de cuisson croissant	141
IV.2 Epaisseur globale de finition et pénétration dans le bois.....	141
IV.3 Etude de la surface en profilométrie	142
IV.4 Conclusions sur la pénétration des finitions poudres.....	143
V. CONCLUSION	144
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	147

I. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous avons utilisé la microtomographie par rayonnement X, encore assez peu utilisée dans le domaine des finitions, dans le but :

- en premier lieu, de déterminer la profondeur de pénétration de la finition dans différents substrats car l'adhérence du feuil au substrat dépend en partie de la pénétration de la finition dans celui-ci. Les résultats ont été confrontés à ceux obtenus avec des finitions plus classiques, sous forme liquide.

- en deuxième lieu, de suivre la pénétration tout au long du process de cuisson de la poudre dans du bois de chêne.

La technique d'analyse est basée sur le principe de l'imagerie par rayons X, couramment utilisée dans le domaine médical. Elle a le gros avantage, comparée à d'autres techniques comme la microscopie non environnementale, de ne pas être destructive et d'être relativement rapide. Elle a été utilisée dans plusieurs domaines de recherche pour diverses applications mais à haute résolution, elle semble particulièrement intéressante pour l'étude des finitions sur le bois et matériaux dérivés ^[142], compte tenu de la structure des substrats et la profondeur de pénétration et d'épaisseur des peintures et vernis. Couplée à une analyse des données en 3D, la rugosité de surface, la structure et l'épaisseur de la finition, ainsi que la profondeur de sa pénétration dans le substrat peuvent être évaluées.

II. MATERIELS ET METHODES

II.1 La tomographie par Rayons X

La tomographie est une technique d'imagerie de haute résolution qui permet de reconstruire le volume d'un objet (3D) à partir d'une série de mesures effectuées par tranche (2D) depuis l'extérieur de cet objet. Un calculateur attribue à chaque pixel d'image une valeur d'échelle de gris proportionnelle à l'absorption des rayons X (densité) par le volume correspondant.

II.1.1 Le microtomographe RX

Le matériel utilisé dans cette étude est un micro-tomographe RX Solution. Le système d'imagerie est retenu à l'intérieur d'une cabine de protection plombée. Elle assure la protection du personnel manipulateur contre les rayonnements ionisants par absorption des rayons X avec des parois suffisamment épaisses (Figure 51).

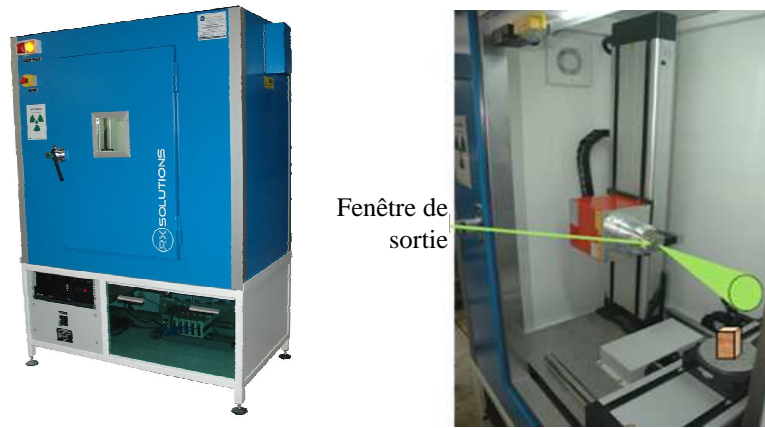


Figure 51: Tomographe RX Solution et principe de fonctionnement

Une source de rayons X d'un côté et un récepteur (écran) de l'autre sont placés dans une enceinte de confinement (plomb). Il suffit de placer l'objet à étudier entre les deux et de le bombarder de rayons X pour obtenir une image 2D sur le récepteur, en fonction de la densité des matières traversées. Pour recréer l'image en 3 D, l'objet est mis en rotation sur lui-même.

Il est important de noter que la précision de l'image augmente (les dimensions du voxel diminuent) lorsque la taille de l'objet étudié diminue et lorsque le nombre d'images augmente lors de l'acquisition.

II.1.2 Acquisition des images

Les échantillons ont été disposés debout dans le sens de la longueur sur le socle tournant, puis scannés à une tension moyenne de bombardement de 60 kV, un courant d'anode de 300 μA (maximum possible) et une fréquence de 1,5-2 images/s. Un nombre moyen de 720 acquisitions par échantillon (angle de rotation de $0,5^\circ$ par pas) est appliqué et le calcul de la moyenne temporelle d'images (réduction du bruit de l'image) se fait sur $N=5-10$ images. Avec ces réglages, une résolution au micron est atteinte, résultant en une taille approximative d'un côté des voxels (pixel de volume) de $20,3 \mu\text{m}$ (premiers essais) à $8,5 \mu\text{m}$ (derniers essais) avec 2^{16} niveaux de gris.

Remarque : Les voxels ont un certain niveau de gris selon la densité de l'échantillon dans l'élément de volume. Plus la densité est importante, plus le voxel s'éclaircit. Aussi, l'échelle des gris peut être transformée en échelle de couleur pour une visualisation plus aisée.

II.1.3 Les logiciels utilisés pour cette étude

- *X-Act* : pilotage du générateur de rayons X, pilotage et programmation des axes de translation et de la platine de rotation, acquisition, traitement et enregistrement des images radioscopiques, calibration automatique du système.

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

- *RX-Reconstruction* : traitement des données et calcul des coupes tomographiques en incluant les paramètres géométriques avec chargement automatique des données de calibration.
- *VGStudio MAX 2.0* : exportation en 3D de la reconstruction.

II.2 Description des échantillons

II.2.1 Etude des finitions polymérisées

Des bois de 2 espèces feuillues : hêtre (*Fagus sylvatica L.*) et chêne (*Quercus robur L.*), et de 3 essences de résineux : épicéa (*Picea abies L.*), pin sylvestre (*Pinus sylvestris L.*) et sapin (*Abies pectinata L.*) ont été utilisés. Nous avons aussi utilisé du MDF ébénisterie (fabrication *Egger*). Les échantillons de bois massif ont été poncés avec une bande P180 alors que le MDF a été utilisé tel quel (car déjà poncé en sortie d'usine).

Les éprouvettes ont ensuite été recouvertes sur la face longitudinale radiale par trois différentes finitions blanches en une seule couche selon les prescriptions des fiches techniques à température ambiante de 18°C et humidité relative de l'air de 49% (humidité théorique du bois proche de 7%): (i) finition liquide en phase solvant (*Milesi, LBR99 : apprêt polyuréthane blanc, catalyseur : 50% LNB7784, viscosité CF4 à 20°C du produit catalysé : 25±2s*), (ii) finition liquide en phase aqueuse (*Milesi, XKT110 : finition opaque blanche, diluant : 5% eau, viscosité CF8 à 20°C: 50±2s*) toutes deux appliquées par pistolet à air comprimé selon les préconisations décrites dans les fiches techniques (environ 250g/m²) et (iii) finition poudre (*Interpon 700LB-FA356F grainée, résine hybride époxy-polyester*) appliquée par pistolet électrostatique corona (environ 100 g/m²). La quantité des produits appliquée n'est donc pas forcément la même suivant la finition, mais cela n'a pas d'influence sur la pénétration de la poudre.

Remarque: Nous avons pu nous apercevoir que les résultats pouvaient différer selon les substrats utilisés, ainsi qu'avec l'opacité de la finition, notamment dans la précision des images et la facilité de visualisation. C'est pour cette raison que nous avons choisi des finitions blanches car les pigments blancs sont peu transparents aux rayons X, ce qui rend l'analyse et la visualisation de ces peintures plus nettes et plus précises que celles des finitions de type vernis.

Une fois la finition appliquée et séchée ou cuite selon les méthodes habituelles (séchage physique à l'air ambiant pour les finitions liquides et cuisson sous rayonnement IR pour la finition poudre), les substrats ont été découpés de manière à extraire des échantillons parallépipédiques les plus petits possibles, c'est à dire L=15 mm (face radiale finie), S=3×3 mm (face transversale).

Après acquisition en tomographie RX, des images en 2D sont extraites. Suivant la position de ces images dans le sens longitudinal tangentiel, la finition est déposée plutôt sur du bois de printemps ou sur du bois d'été.

La Figure 52 présente schématiquement les étapes de préparation des éprouvettes pour cette série d'essais.

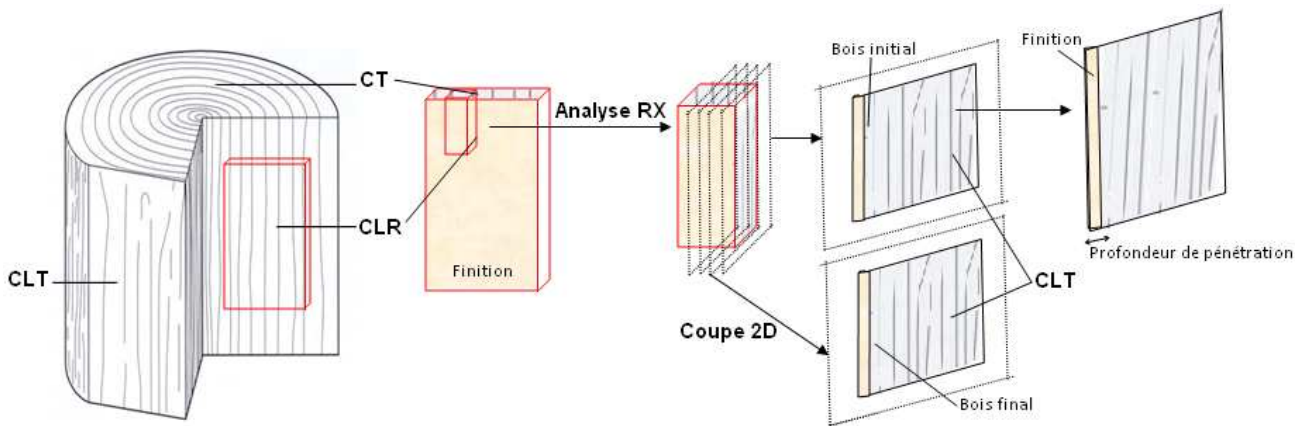


Figure 52: Schématisation de l'échantillonnage des éprouvettes et procédure d'analyse

II.2.2 Etude des finitions poudres en cours de polymérisation

Cette étude a été réalisée sur une finition poudre 700LB brune (FM351F), dont la résine est constituée de groupements polyester-époxy. Le substrat mis en œuvre est du chêne massif non poncé, et la finition a été appliquée sur le bois de bout, pour faciliter la visualisation de la pénétration de la finition dans les pores. Même si cette méthode d'application est éloignée de la réalité, elle permet néanmoins d'avoir une bonne idée des phénomènes de pénétrations.

Les échantillons poudrés sont des lamelles successives de dimensions 100×20×4 mm issues d'une planche de chêne de 100×20 mm de section. Ces lamelles sont choisies successives pour le poudrage afin que les cernes d'accroissement du bois soient positionnés de manière presque inchangée d'une lamelle à l'autre. Ainsi, nous avons des repères anatomiques pour la comparaison des différentes lamelles (Figure 53).

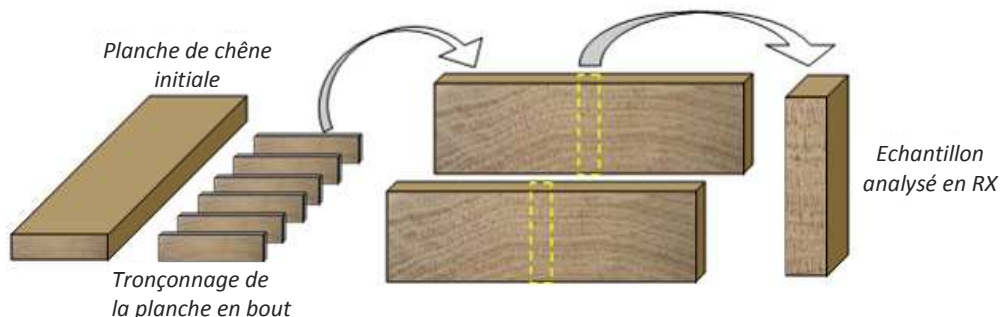


Figure 53: Schématisation du découpage des échantillons étudiés

Pour simplifier et mieux contrôler les temps de fusion de la finition, les lamelles poudrées ont été placées dans une étuve à 125°C et y ont séjourné pendant une durée croissante de fusion : 1 min 30 s, 3 min, 4 min, 5min et 6 min. Les échantillons ont ensuite été découpés sous forme de pavés de dimensions 20×4×4 mm et analysés en tomographie par rayons X.

II.3 Analyse des images

Toutes les reconstructions et les images analysées des échantillons ont été visualisées avec les logiciels *VGStudio MAX*[®] (reconstruction 3D après exportation) qui inclut l'outil *RX-reconstruction*[®] (traitement de données et calcul de coupes tomographiques comprenant les paramètres géométriques) et *ImageJ*[®] (logiciel du domaine public qui propose les fonctions standard de traitement d'image tels que le contraste, la convolution, l'analyse de Fourier, la netteté, le lissage et le filtrage médian...). Dans notre cas, il a été utilisé pour créer des histogrammes de densité sur des profils de coupes 2D.

II.3.1 Epaisseur de finition et profondeur de pénétration

Les images obtenues permettent de mettre en évidence la présence du film de finition qui apparaît en niveau de gris plus clair (Figure 54). Nous avons pu le vérifier avec l'utilisation du profileur aux rayons X *Grecon* sur un échantillon plus important (surface de 50×50 mm de côté) et du logiciel *DAX5000* pour obtenir un profil de densité.

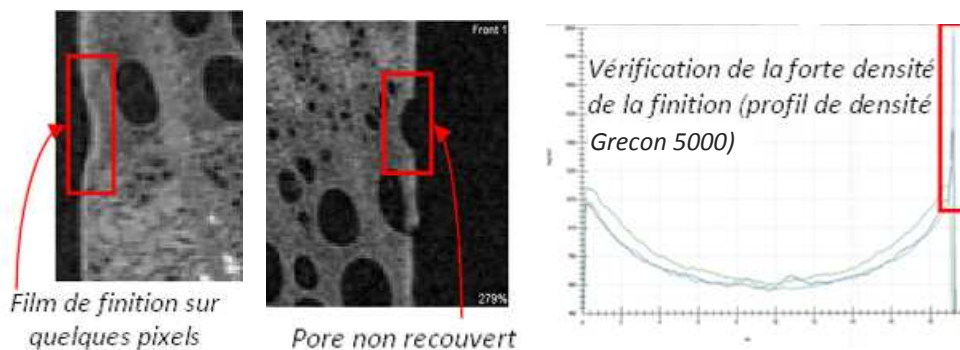


Figure 54: Méthode de détermination de la présence et de l'épaisseur globale de finition avec *VGStudio MAX* et *DAX 5000*

Pour déterminer l'épaisseur globale de la finition, nous utilisons l'outil de mesure *Distance Instrument* ou *Caliper Instrument* du logiciel *VGStudio MAX* (Figure 55).

En utilisant un histogramme de niveaux de gris sur une coupe d'échantillon disponible dans l'outil *Plot profile* du logiciel *ImageJ*, il est possible de délimiter la finition et le substrat et de connaître un intervalle de distance d'ancrage finition-substrat (Figure 56).

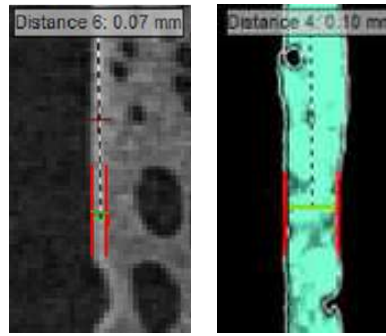


Figure 55: Mesure de l'épaisseur globale de la finition

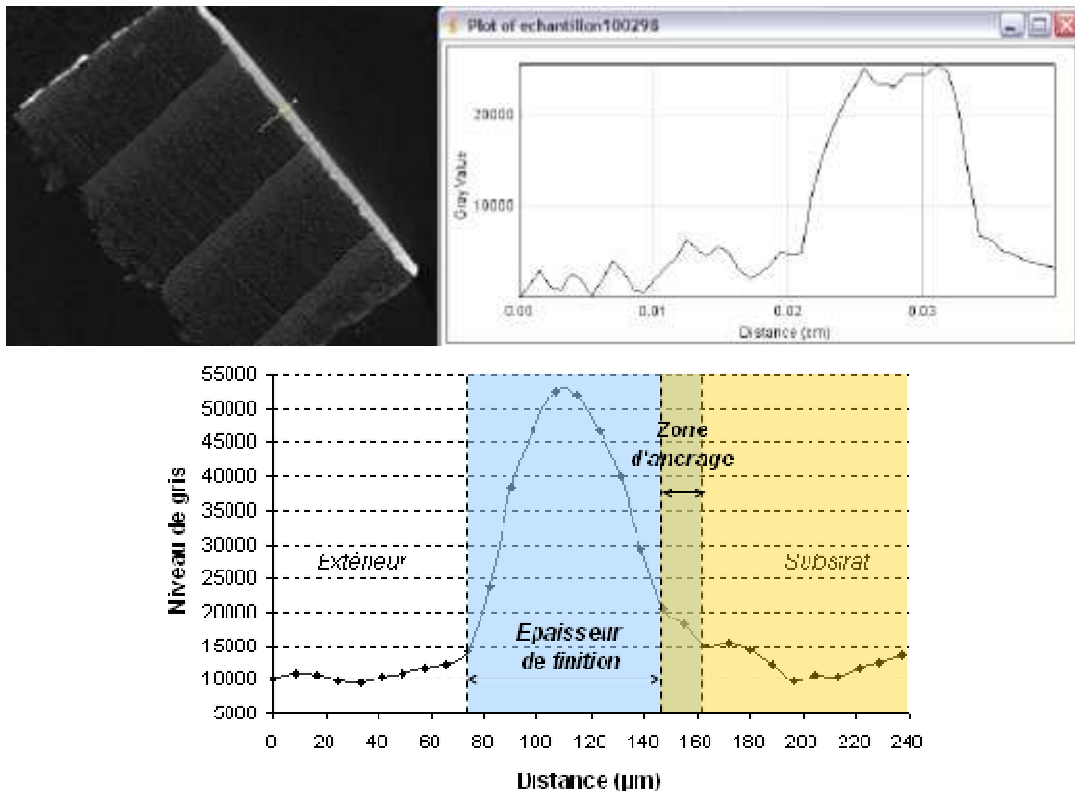


Figure 56: Délimitation épaisseur de finition -zone d'ancrage par différenciation des niveaux de gris

Théoriquement, la pénétration ne tient pas compte du remplissage des cellules ouvertes situées en surface du substrat. Pourtant, le degré de pénétration du revêtement est contrôlé par sa capacité à migrer au travers des extrémités ouvertes du substrat et par transport à travers les connexions entre cellules (ponctuation, déchirement, ...) (Figure 57b). On considère que la finition se trouvant sous cette délimitation a pénétré dans le substrat.

Van den Bulcke, en comparant les 2 méthodes (b et c) a obtenu logiquement des résultats différents pour des finitions en phase liquide sur du chêne et du padouk.

Pour notre étude, nous essayons de mettre en œuvre la méthode de Van den Bulcke et ses collaborateurs présentée en 2003 ^[143] (Figure 57c) et qui est fondée sur une vision en deux dimensions de la pénétration en profondeur de la résine :

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

- Épaisseur de finition : toute la matière située perpendiculairement au-dessus de tous les reliefs de la surface du substrat,

- Ancrage finition-substrat : épaisseur de la finition qui pénètre dans la rugosité de surface du substrat.

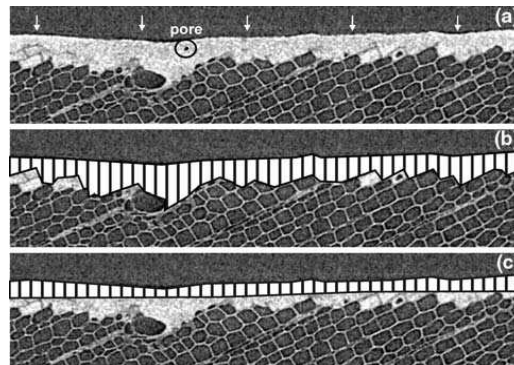


Figure 57: (a) tranche originale à travers l'échantillon, (b) détermination de l'épaisseur de la couche en 3D et calcul de pénétration, (c) détermination de l'épaisseur de la finition basée sur l'approche en 2D selon Van den Bulcke à et coll. : tout le revêtement sous la couche a pénétré ^[144]

La Figure 58 illustre une succession d'images issues de la reconstruction après acquisition par le tomographe RX. En se concentrant sur les zones encadrées, nous pouvons observer une disparition progressive de la finition sur le substrat.

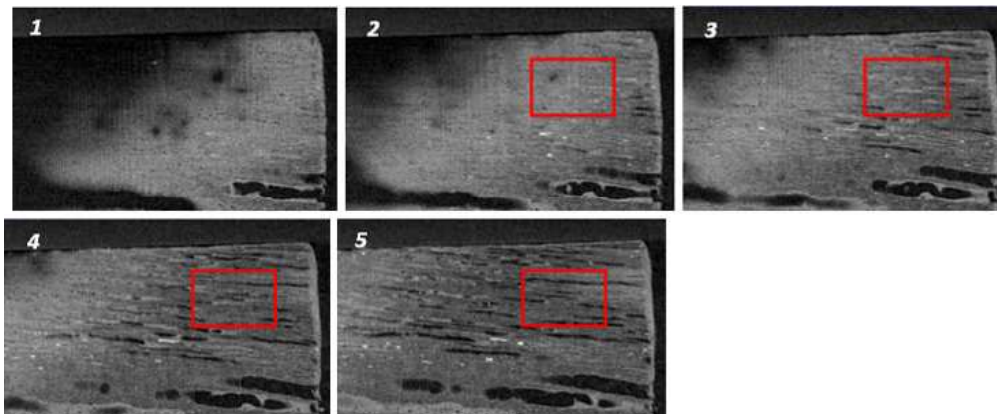


Figure 58: Visualisation par images successives de la pénétration de la finition dans le substrat

La profondeur de pénétration (ou ancrage) de la finition s'étend entre les images 3 et 5 car on observe un débouchage des pores. En fonction de la précision de l'image et de la taille des pixels, nous pouvons vérifier l'épaisseur d'ancrage de la finition dans le substrat.

II.3.2 Extraction de surface en 3D et rugosités de la finition

L'extraction de surface en 3D nous permet de visualiser de manière aisée la rugosité de surface de la finition, que ce soit sur la face externe (état de surface de la finition finale) ou sur la face interne (zone de contact avec le substrat) (Figure 59).

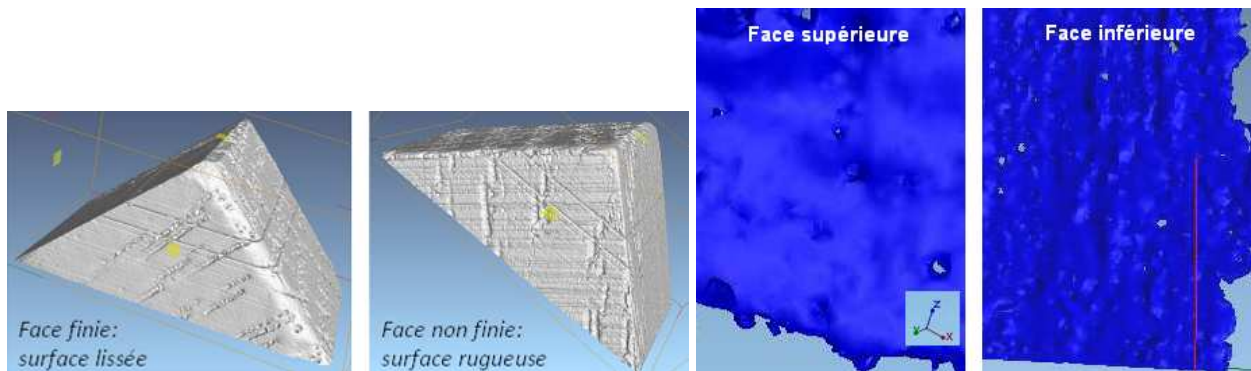


Figure 59: Images obtenues après extraction de surface en 3D avec VGStudio MAX

II.4 Essais de mouillabilité des substrats

Pour appuyer les résultats obtenus en tomographie par Rayons X concernant la pénétration des finitions, nous avons également réalisé des essais de mouillabilité des différents substrats vis-à-vis de l'eau (solvant de la finition hydrodiluable) et d'un mélange résine PU-toluène (solvant principal de la finition en phase solvant utilisée).

Remarque : Le matériel et la méthode utilisés sont présentés dans le chapitre 5.

III. ETUDE DES FINITIONS CUITES SUR DIFFERENTS SUBSTRATS

III.1 Les épaisseurs de feuil sec

Un outil de mesure est disponible dans le logiciel *VGStudio MAX* pour évaluer assez précisément l'épaisseur de finition supérieure (au dessus du substrat) qui ne représente que quelques pixels. Les valeurs obtenues sur chaque substrat sont présentées sur la Figure 60.

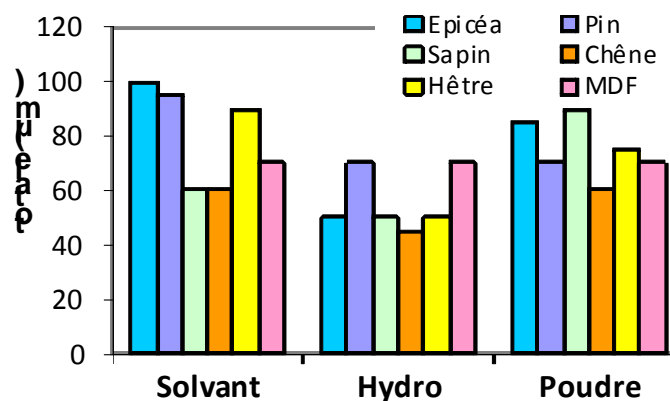


Figure 60: Epaisseurs supérieures de finition selon la nature de la finition et du substrat

En ce qui concerne les épaisseurs de finition, le chêne massif se distingue des autres substrats. En effet, même s'il a été fini dans les mêmes conditions que les autres supports, l'épaisseur de peinture finale est généralement inférieure à celle obtenue sur les autres

substrats. Par ailleurs, nous verrons plus tard, que c'est dans le chêne massif que la pénétration de la finition, quelle que soit sa nature, est la plus importante.

Nous remarquons que c'est toujours une essence de résineux qui présente la plus forte épaisseur de finition : l'épicéa pour la finition liquide en phase solvant, le pin sylvestre pour la finition hydrodiluable et le sapin pour la finition poudre.

III.2 Comparaison VG Studio max et Image J sur la pénétration de la finition

D'une part, la comptabilisation, grâce à *VGM studios MAX*, du nombre moyen de pixels représentant la zone d'ancrage finition-substrat, nous permet de déterminer la pénétration de la finition. Sur chaque image effectuée par le tomographe, 10 mesures ont été faites pour obtenir une moyenne du nombre de pixels représentant la zone d'ancrage finition-substrat. D'autre part, l'utilisation de la courbe des niveaux de gris avec le logiciel *ImageJ* permet d'obtenir une autre valeur. Nous avons effectué des mesures sur bois initial et bois final, ce qui permet d'obtenir un intervalle (représenté par des segments sur la figure) de pénétration dans le bois (bois de printemps : valeur haute, bois d'été : valeur basse). La Figure 61 représente la comparaison des deux résultats.

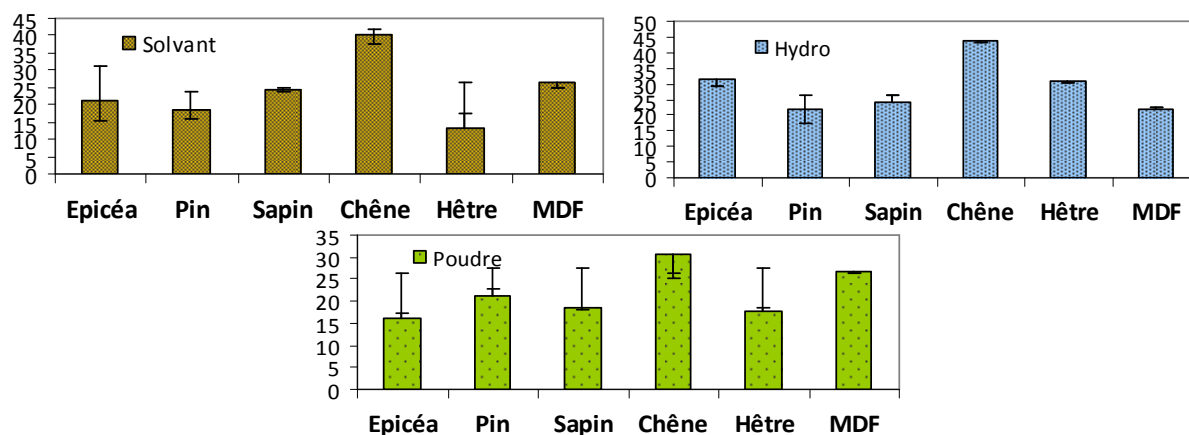


Figure 61: Comparaison des profondeurs de pénétration obtenues avec VG Studio max (barres) et ImageJ (segments)

La profondeur de pénétration des revêtements mesurée avec *Image J* donne un intervalle dans lequel les résultats obtenus avec *VG Studio Max* (barres de couleur) s'inscrivent plutôt bien, avec, le plus souvent, des différences d'1 ou 2 µm seulement. Cela est vrai pour la majorité des combinaisons finition-substrat étudiées, mais c'est assez différent pour certains exemples comme pour la finition poudre sur l'épicéa, le pin, le sapin et le hêtre et pour la peinture solvantée sur le hêtre. Ces derniers résultats sont difficiles à interpréter, mais nous constatons que cela ne change pas l'ordre du substrat pour la pénétration de revêtement.

Cette figure révèle que pour la peinture à base de solvant organique, la zone de pénétration mesurée avec *VG Studio Max* est pour tous les substrats bien centrée par rapport aux valeurs obtenues avec *ImageJ* pour le bois initial et final. Dans le cas du revêtement en poudre, les résultats de *VG studio max* sont plus souvent proches de ce qui a été trouvé pour le bois final avec *Image J* (l'épaisseur de pénétration la plus faible). Cela signifie que le produit à base de solvant pénètre pratiquement autant dans le bois de printemps que dans le bois d'été, tandis que la pénétration de la finition poudre est limitée par les pores les plus petits de bois final. La pénétration globale d'une telle peinture est certainement contrôlée par le rapport entre le bois initial et le bois final, la taille des particules de poudre et les paramètres de cuisson.

III.3 Pénétration des finitions dans les substrats

Les résultats que nous obtenons concernant l'épaisseur de la zone d'ancrage de la finition dans le substrat sont proches de ce que la bibliographie indique pour des finitions liquides classiques. En effet, pour le pin sylvestre, Van den Bulcke et ses collaborateurs ^[144], ont obtenu une profondeur de pénétration de 21,4 μm . De même, la pénétration est comprise entre 18,75 et 21,88 μm avec les finitions liquides solvantée et aqueuse respectivement sur nos échantillons de pin sylvestre. Quant à la finition poudre, les résultats avec *VGStudio Max* et *ImageJ* diffèrent, mais il semble que la valeur indiquée par *VGStudio Max* soit la plus proche de la réalité (méthode directe par rapport à l'analyse du traitement de l'image), soit environ 21,22 μm . Ce résultat indique donc que la pénétration de la finition poudre dans le pin sylvestre est très proche de celle des finitions liquides, surtout de la finition hydrodiluable.

Pour un système de finition donné, la profondeur de pénétration de la finition est assez variable d'un substrat à l'autre. Cependant, il se dégage qu'elle est généralement plus faible dans les résineux que dans les autres substrats et en particulier dans le chêne pour lequel elle est toujours la plus importante (Figure 62). Par ailleurs, et de façon logique puisque la quantité de matière est constante, ce sont exactement les substrats qui ont une épaisseur de finition supérieure la plus faible qui présentent la profondeur de pénétration de finition dans le substrat la plus importante.

Pour le MDF, la pénétration de la poudre est très similaire à celle de la finition en phase solvant et supérieure à celle de la finition hydrodiluable. Ceci pourrait s'expliquer par la présence de résine UF dans le MDF peu compatible avec l'eau.

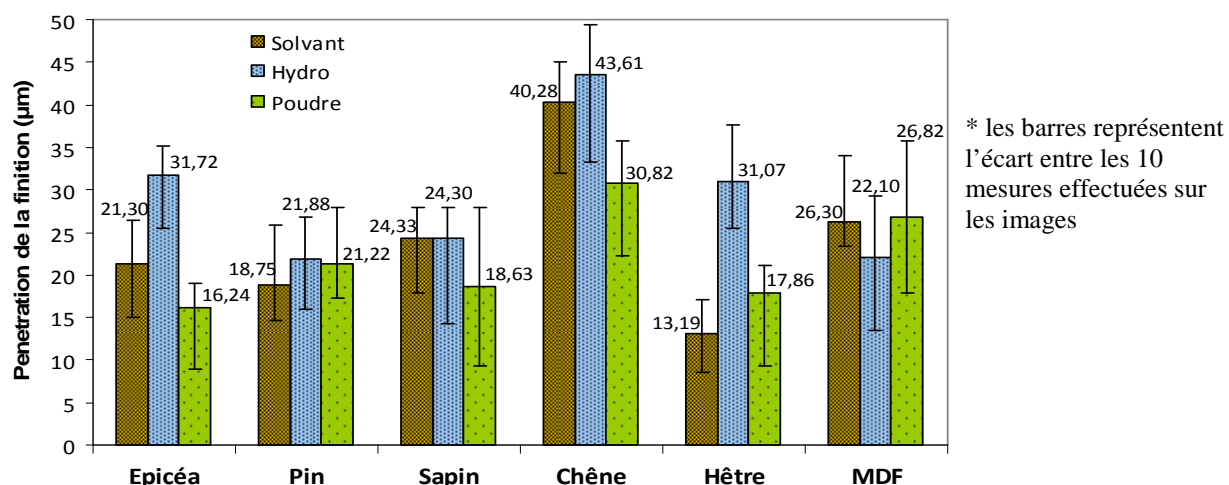


Figure 62: Profondeur de pénétration des finitions dans les substrats et variabilité (VG Studio max)

III.4 Discussion sur la pénétration des finitions liquides

L'observation de la Figure 62 révèle que pour chaque substrat considéré, la profondeur de pénétration de la finition liquide hydrodiluable est souvent supérieure à celle de la finition liquide en phase solvant, sauf pour le sapin et le MDF pour lesquels elle est respectivement équivalente (24,30 et 24,33 µm) et inférieure (26,30 et 22,10 µm). Même si la variabilité peut être importante entre chaque mesure (car la surface du bois n'est pas lisse), nous pouvons penser que la finition en phase aqueuse a une meilleure affinité avec les substrats de bois massif, en particulier avec le hêtre et l'épicéa pour lesquels la pénétration de la finition est largement augmentée (respectivement de 13,19 à 31,07 µm et de 21,30 à 31,72 µm) puisque l'eau peut se lier plus facilement avec les groupements hydroxyles des fibres de bois que le solvant organique de la finition en phase solvant.

En ce qui concerne le revêtement à base d'eau, la profondeur de pénétration diminue dans l'ordre suivant : bois de feuillus > bois de résineux > MDF. Dans le cas de la finition à base solvant, les résultats donnent l'ordre suivant : bois de feuillus (sauf hêtre) > MDF > bois de résineux. En ce qui concerne le hêtre, ce classement est maintenu lorsqu'*ImageJ* est appliqué pour estimer la profondeur de pénétration (voir la valeur pour le bois initial).

III.4.1 Approche par l'étude de la mouillabilité des substrats

Afin de mieux comprendre ces différentes affinités de revêtements liquides avec les substrats, des mesures de mouillabilité ont été effectuées parce que cette approche est largement utilisée pour caractériser les interactions entre les revêtements et les substrats [145]. La quantité de solvant a été ajustée pour ces tests, pour que la viscosité des mélanges permette de former une goutte sur le goniomètre. La Figure 63 présente l'évolution de l'angle de contact de la goutte de finition solvantée sur la face longitudinale radiale des éprouvettes.

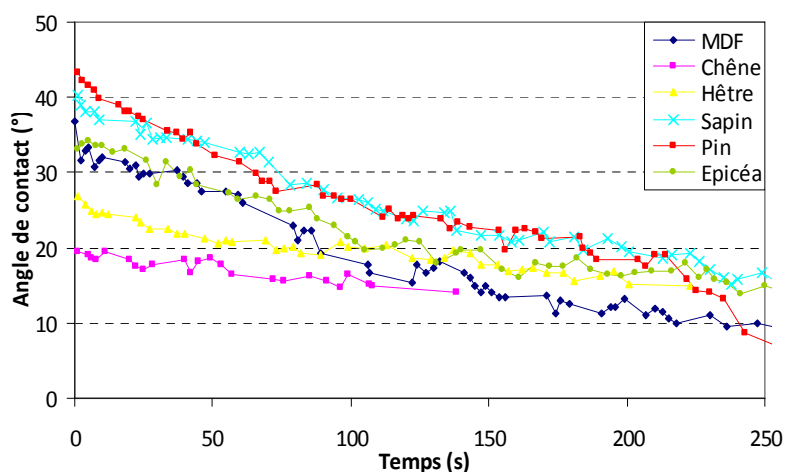


Figure 63: Evolution de l'angle de contact (PU+toluène) au cours du temps sur les différents substrats

Il semble que la mouillabilité sur les faces longitudinales radiales des bois de feuillus est la plus grande puisque les angles de contact initiaux sont les plus bas sur le chêne ($19,5^\circ$) et le hêtre ($26,8^\circ$). Les valeurs pour le MDF et l'épicéa sont assez semblables ($36,7^\circ$ et $35,3^\circ$ respectivement) et comprise entre les valeurs des angles de contact des feuillus et des résineux. Pour toutes les espèces, l'angle de contact diminue en fonction du temps, mais de manière moins rapide sur les feuillus que sur les résineux et le MDF. Néanmoins, les mouillabilités dans l'ordre bois de feuillus > MDF \approx épicéa > bois de résineux est presque maintenu. Ici, le sapin et l'épicéa semblent se comporter de manière similaire, mais avec une moins bonne affinité que le pin vis-à-vis du mélange solvanté. Cela est peut-être dû aux composés cireux présents dans cette essence.

Ces observations sont bien en adéquation avec les résultats de la pénétration des finitions en tomographie RX (cf. Figure 61 en considérant les valeurs d'*Image J* pour la pénétration de la finition solvantée dans le bois de hêtre).

Les résultats concernant la goutte d'eau sont donnés sur les Figure 64 et Figure 65. La rapidité de pénétration de la finition hydrodiluable dans les substrats semble s'établir dans l'ordre décroissant suivant : 1) bois de résineux, 2) bois de feuillus, 3) MDF, puisque la diminution de l'angle de contact est la plus rapide dans ce sens. Le MDF a une beaucoup moins bonne affinité avec la finition hydrodiluable que le bois massif d'après l'angle de contact initial et sa cinétique de décroissance. Cela est en accord avec le fait que c'est dans ce substrat que la finition hydrodiluable pénètre le moins. A l'intérieur des bois de feuillus, la mouillabilité initiale est un peu plus élevée pour le chêne (angle de contact initial un peu plus petit que pour le hêtre), et la pénétration de la finition semble être plus rapide pour le chêne que pour le hêtre. Cela peut être une raison pour laquelle la pénétration de la finition est plus importante pour cette première essence. En revanche, en ne considérant que les bois de

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

résineux, l'angle de contact de la goutte de finition hydro baisse beaucoup plus vite par rapport aux autres substrats. Cela ne peut donc pas expliquer entièrement pourquoi la pénétration de la finition est plus importante pour les bois de feuillus par rapport aux bois de résineux d'après *VGM Studio max* (cf. Figure 61). Par ailleurs, il s'avère que la pénétration de la goutte semble plus rapide dans les bois de sapin et d'épicéa, par rapport au pin. Il est possible qu'il y ait un lien direct avec le fait que les profondeurs de pénétration de la finition hydrodiluable est moins importante dans cette dernière essence par rapport aux deux autres.

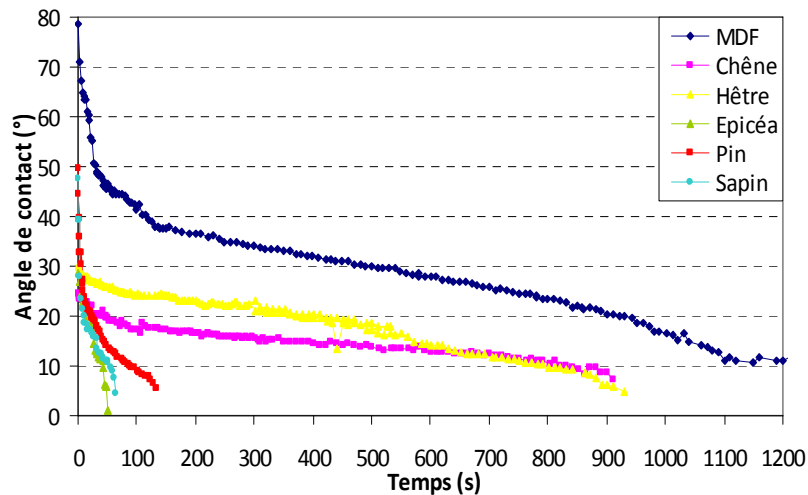


Figure 64: Evolution de l'angle de contact (finition hydro + eau) sur les différents substrats

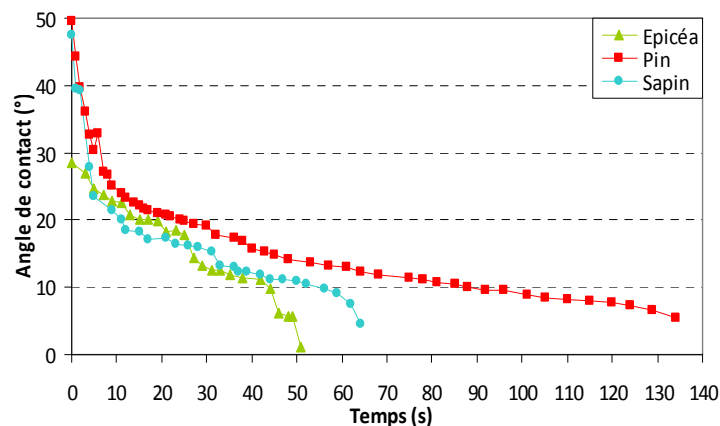


Figure 65: Zoom sur l'évolution de l'angle de contact (finition hydro + eau) sur les bois de résineux

Pour conclure sur ce paragraphe, la mesure de l'angle de contact donne une idée du comportement d'un substrat vis-à-vis de la finition mais ne donne pas toutes les informations pour prévoir et contrôler la profondeur de pénétration car il s'agit d'une caractéristique qui prend en compte diverses propriétés de surface du substrat (physiques et chimiques) qui entraînent l'adhérence du produit. Cependant, nous avons pu obtenir des ordres de pénétration et de mouillabilité des finitions qui semblaient logiques, ce qui nous conforte dans l'idée que la technique de tomographie RX reste une méthode appropriée pour étudier la pénétration de la finition dans les différents substrats.

III.4.2 Influence de la composition chimique des bois

Les résultats obtenus pour le hêtre et l'épicéa introduiraient le fait que ce sont des bois plus hydrophiles que les autres. En effet, une étude sur la composition du bois en Amérique a montré que, comparativement à l'épicéa, les autres espèces de résineux contiennent des composés extractibles hydrophobes (extraits phénoliques, cires, graisses, des stérols, acides gras) dans des quantités plus élevées (moyenne des mesures pour toutes les espèces de sapin: 6 %, de pin: 6,2%, d'épicéa: 3,5 %) ^[146]. D'autre part, nous ne devons pas oublier que pour le pin, la résine contient des terpènes et des composés terpénoïdes, mais aussi des lignanes, stilbènes, tanins ou des graisses et des cires qui peuvent réduire considérablement la mouillabilité du bois à l'eau ^[147]. Selon cette référence, le hêtre et le chêne ont presque le même taux d'extraits lipophiles (hêtre: 0,8%, le chêne: 0,7%), mais le chêne a un taux d'extraits phénoliques plus important que le hêtre (respectivement 4,5% et 2%), ce qui lui confère une plus grande hydrophilie. Aussi, cette affinité de la finition hydrodiluable est réduite avec le MDF puisque celui-ci contient une quantité non négligeable de colle d'origine plastique, d'où un caractère plus hydrophobe.

Toutefois, même si on peut supposer que la composition chimique des bois (présence de matières extractibles phénoliques, composés terpénoïdes, lignanes, stilbènes, tanins ou graisses et cires) peut influencer la pénétration de telle ou telle finition, il semble que les facteurs physiques soient prépondérants ^[148].

III.4.3 Approche par les propriétés physiques des substrats

La profondeur de pénétration des revêtements liquides semble dépendre de la nature du substrat et de son anatomie qui est présentée sur la Figure 66. Toutes les images de tomographie RX sont présentées à la même échelle.

Nous avons essayé d'estimer les diamètres des pores du bois avec le logiciel *VGStudio MAX*. Les résultats donnés dans le Tableau 43 sont des valeurs moyennes de mesures faites sur plusieurs pores pour chaque échantillon. A titre de comparaison, des valeurs de la littérature sont également présentées. Les cellules de résineux sont généralement beaucoup plus petites que celles des feuillus. Selon la littérature, les diamètres de trachéides sont le plus souvent compris entre 20 et 60 μm ^{[149], [136]}. En considérant les feuillus ^[149], nous avons estimé que les pores du hêtre ont un diamètre d'environ 40 μm (moyenne des cellules de bois initial et final), alors qu'il varie entre 30 et 200 μm pour le chêne qui est une espèce contenant des cernes avec une zone initiale poreuse.

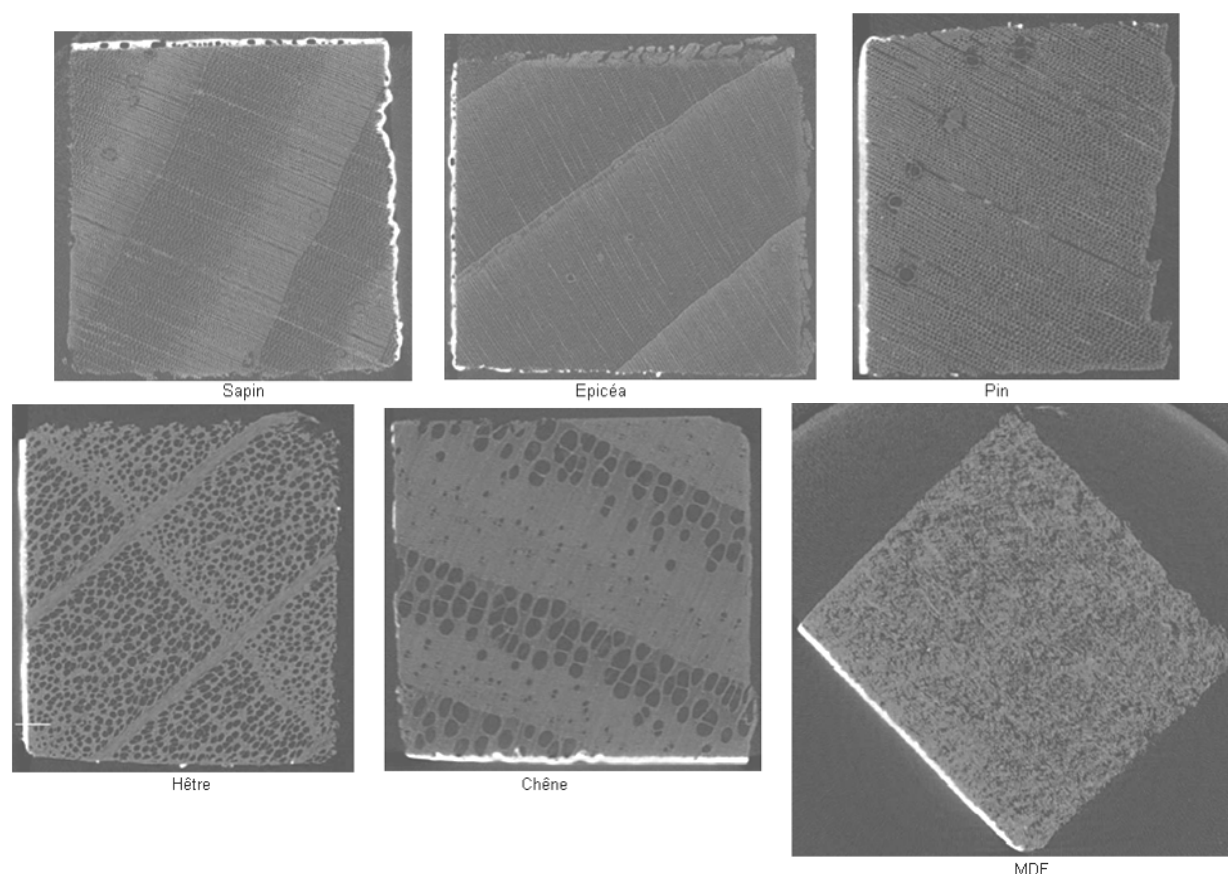


Figure 66: Anatomie des substrats observée après reconstruction de l'image obtenue en microtomographie RX

Il apparaît alors que les valeurs estimées ici en tomographie RX (puis reconstruction 3D) sont en assez bon accord avec celles rapportées dans la littérature issues d'observations microscopiques. Ceci montre que la technique est adaptée pour ce type de mesure malgré une précision qui n'est pas la meilleure possible (la mesure dépend de la taille des voxels).

Essence de bois	Diamètre des pores du bois (μm)		Valeurs bibliographiques (μm) [149]
	Bois de printemps	Bois d'été	
Epicéa	30	15-20	
Pin	40	20	20-60
Sapin	50-60	20	
Chêne	100-200	20-30	40-300
Hêtre	50-60	30-40	40

Tableau 43: Valeurs des diamètres des pores du bois mesurées avec VGM Studio max

Même si le bois d'été est plus important en quantité dans le chêne que dans le hêtre, la porosité du bois de printemps est beaucoup plus élevée pour permettre au revêtement de pénétrer d'une manière plus conséquente dans le chêne. Nous pouvons également noter que le plan transversal du hêtre contient de gros rayons radiaux qui augmentent localement la densité du bois (diminution de la porosité) et pourrait réduire la pénétration de la peinture dans ce bois homogène.

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

La différence dimensionnelle des pores entre les bois de feuillus et de résineux peut être une des causes d'une pénétration des finitions liquides moins importante dans cette dernière famille. Mais cela ne peut pas expliquer le fait que la peinture liquide solvantée pénètre plus dans les résineux que dans le hêtre d'après nos résultats (cf. Figure 62). En effet, la pénétration maximale pour le hêtre est de 13,19 μm pour la finition aqueuse et la pénétration minimale de peinture dans les résineux atteint 18,75 μm pour l'épicéa.

Différentes voies de pénétration des revêtements liquides ont été observées ^{[148], [150]}. Dans les résineux, la finition peut s'écouler dans les extrémités ouvertes des trachéides longitudinales du bois initial et final, circuler dans les cellules des rayons à travers les ponctuations (comme pour les feuillus) et être transportée par les rayons jusqu'aux fibres longitudinales adjacentes via différents types de ponctuations présentes dans les champs de croisement (picéoides pour l'épicéa, pinoïdes pour le pin sylvestre et taxodioïdes pour le sapin qui sont plus grandes que les autres) ^[151]. La possibilité pour les finitions liquides de suivre cette voie de circulation leur permettrait de pénétrer plus loin dans le bois par rapport aux feuillus.

La présence de canaux de résine dans le bois final de pin pourrait être aussi la raison d'un taux de pénétration de la finition supérieur localement par rapport à d'autres résineux, mais ce n'est pas particulièrement ce que les mesures ont révélé ici. Le pin a été l'essence dans laquelle la pénétration des revêtements liquides est la plus basse. Il est possible de mettre en cause la résine et les composés à base de cire qui peuvent obstruer les pores à certains endroits. Les autres espèces ne sécrètent que peu de résine, car elles ne possèdent normalement que de peu nombreux et petits canaux (épicéa) voire pas du tout (sapin) ^[136].

Dans le cas du MDF, discuter de pores n'a pas de sens mais d'après la Figure 66, il semble que la rugosité de surface semble comprise entre celle des bois homoxylés de résineux et celle des bois hétéroxylés de feuillus tempérés. Afin de comparer ce substrat de bois particulier, nous avons tenté de caractériser la topographie de surface à l'aide du matériel de profilométrie. Nous avons réalisé des mesures sur 4 échantillons de MDF (4 zones de 1 mm de côté) qui ont été cartographiés. De cette façon, nous avons déterminé de manière objective les paramètres de rugosité et surtout la moyenne de la largeur des éléments de profil de rugosité (RSm). La valeur obtenue, soit 34,7 μm (résultats complets en Annexe Y), est donc comprise entre le diamètre des pores des bois de résineux et de feuillus. Ceci vérifie bien les résultats de pénétration des finitions dans les différents substrats.

De manière générale et malgré quelques exceptions, quels que soient les substrats (bois ou MDF), les résultats concernant la profondeur de pénétration sont compatibles avec les caractéristiques physiques décrites ci-dessus. Plus la taille des cavités (diamètre des pores ou RSm) est grande, plus la profondeur de pénétration augmente.

III.5 Discussion sur la pénétration des finitions poudres

En ce qui concerne la finition poudre, la zone d'ancrage dans le substrat est bien inférieure à celle des finitions liquides pour l'épicéa, le sapin et le surtout le chêne. Pour le pin sylvestre, nous avons vu qu'elle est très similaire à celle de la finition liquide hydrodiluable. Par contre, pour le hêtre, la pénétration de la finition poudre est proche de celle de la finition liquide en phase solvant (respectivement 17,86 et 13,19 μm), c'est-à-dire bien inférieure à celle de la finition en phase aqueuse (30,07 μm). Et pour le MDF, elle est également proche de celle de la finition liquide en phase solvant (respectivement 26,82 μm et 25,30 μm), mais supérieure à celle de la phase aqueuse (22,10 μm).

III.5.1 Influence de la viscosité des finitions

Puisque la profondeur de pénétration de la finition poudre est toujours inférieure à celle de la finition hydrodiluable et proche de celle de la finition solvantée, nous pouvons penser que le comportement de la finition poudre fondue est différent de celui d'une finition en phase aqueuse, mais similaire à celle d'une finition solvantée. Comme nous l'avons vu précédemment, la profondeur de pénétration pourrait être en partie liée à la mouillabilité du substrat par le produit en question. Avec notre dispositif, nous ne pouvons pas caractériser cette propriété avec des polymères fondus. Cependant elle est connue pour être liée à la viscosité. Par conséquent, nous avons mesuré ce paramètre physique pour les finitions liquides en utilisant un viscosimètre Brookfield (broche R3 à 17°C, 100 tours/min, vitesse 21,7%) et celle de la poudre fondue avant polymérisation complète (130°C) a été estimée par le fournisseur. Les valeurs obtenues de 300 cP pour la finition hydrodiluable, 170 cP pour la finition solvantée et la valeur donnée de 10^6 cP ne peuvent donc pas expliquer, à elles seules, un taux de pénétration de la finition poudre dans le substrat similaire à celui du revêtement solvanté.

III.5.2 Influence de l'anatomie du substrat et de la granulométrie des poudres

En fait, l'explication pourrait être trouvée dans les propriétés anatomiques de surface du bois et des diamètres des pores en particulier. En effet, les revêtements en poudre pénètrent plus dans le chêne que dans les autres bois (résineux et hêtre). Comme observé précédemment

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

pour les systèmes bois/revêtements liquides, plus le diamètre des pores est grand, plus la profondeur de pénétration est élevée.

Une étude granulométrique des poudres à cuisson thermique effectuée par le fournisseur a montré qu'entre 75 et 85% des particules de poudre ont un diamètre compris entre 10 et 75 μm (cf. Chapitre 1). Par ailleurs, une analyse de l'état de surface des échantillons poudrés au cours de la cuisson (étude détaillée ultérieurement sur le chêne) par profilométrie et extraction de paramètres de rugosité a mis en évidence qu'encore à l'état de poudre, au tout début de la fusion, les poudres ont un diamètre moyen de l'ordre de 50 μm . En comparant ce diamètre des particules avec le diamètre des pores du bois, nous constatons que la poudre peut pénétrer à l'intérieur des pores du bois de chêne de manière importante même avant fusion par rapport aux autres essences de bois. Ceci peut être une raison pour laquelle la pénétration de la finition poudre est plus importante pour cette essence au moment de sa fusion et sa polymérisation.

Dans le cas du MDF/finition poudre, bien que la valeur de R_{Sm} de MDF soit du même ordre de grandeur que le diamètre moyen des pores des résineux et du hêtre, la profondeur de pénétration est plus élevée que dans ces derniers. R_{Sm} étant une valeur moyenne, la présence de cavités plus grandes et plus profondes ne peut pas être exclue et pourraient expliquer nos résultats. On pourrait aussi supposer que la compatibilité est meilleure entre la poudre époxy-polyester et la résine urée-formaldéhyde contenue dans le MDF que le mélange PU-toluène de la finition solvantée. Cependant, cette hypothèse mériterait d'être approfondie.

IV. ETUDE DE LA FINITION POUDRE EN COURS DE CUISSON

Dans la suite, le comportement de la poudre sur le chêne (face transversale) est étudié pendant la fusion et la polymérisation pour observer toute évolution de l'épaisseur du feuil et de la zone d'ancrage finition-substrat.

IV.1 Résultats de l'imagerie RX

Pour tous les échantillons, la reconstruction volumique et le traitement de l'image ont été identiques. Notamment, la colorisation artificielle a été faite sur les mêmes intervalles de niveaux de gris. Sur la Figure 67, la poudre est représentée en rose et le substrat en jaune. De la gauche vers la droite, on observe tout d'abord, une représentation volumique du substrat au niveau de son interface avec la finition (pénétration de la finition dans les gros pores), puis la surface interne de la finition (côté substrat) pour observer la façon dont elle pénètre, ensuite un profil de la finition, et enfin la surface externe de la finition pour observer son état de surface.

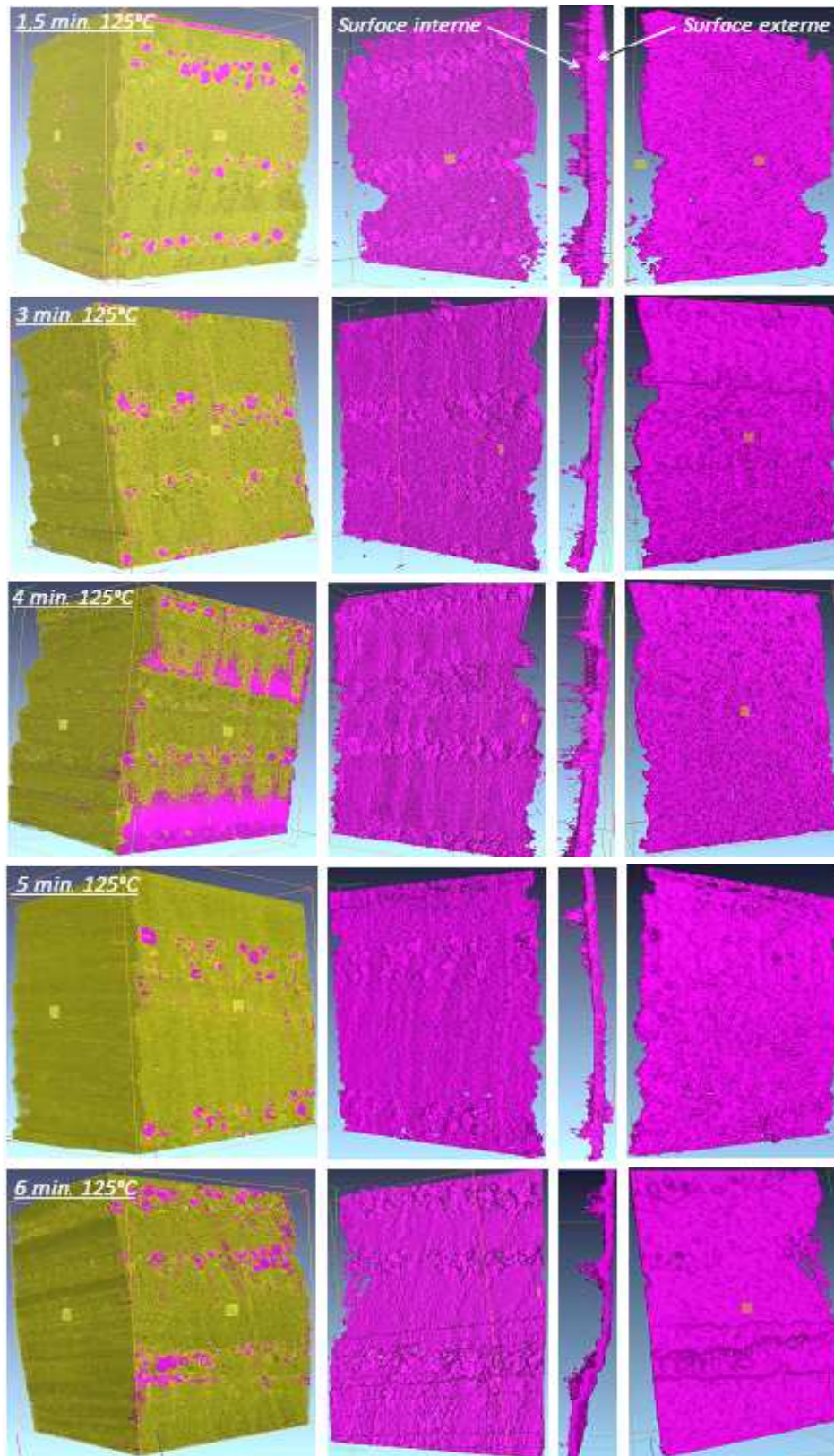


Figure 67: Evolution de l'interface substrat-finition poudre au cours de la cuisson par analyse en tomographie par rayons X (jaune : substrat, rose : finition)

D'après les clichés de la surface externe, plus le temps de cuisson augmente, plus la rugosité de surface diminue, ce qui montre que la poudre fond, puis polymérise.

IV.1.1 Etude à temps de cuisson court

Pour un faible temps de cuisson, nous observons que la poudre pénètre fortement dans les gros pores du bois de printemps, mais également dans les pores du bois d'été de diamètre inférieur, proches du bois de printemps. En effet, la poudre a un diamètre de particules de l'ordre de 40-50 μm , si bien qu'elle peut pénétrer dans ces gros pores encore à l'état solide. La poudre qui commence à fondre s'incorpore d'abord dans les gros pores, puis dans ceux un peu plus petits. Nous voyons bien en particulier la direction des gros vaisseaux du bois de printemps ; les pores plus étroits du bois final n'étant presque pas remplis de finition.

IV.1.2 Temps de cuisson croissant

Plus le temps de cuisson s'allonge, moins la poudre a tendance à pénétrer. Les clichés de la surface interne de la finition (celle qui est au contact du substrat), montrent qu'effectivement, le relief côté intérieur est de moins en moins prononcé de 1,5 min. à 6 min.

Il semblerait donc que la finition en cours de fusion se rétracte lorsque le temps de cuisson augmente (entre 4 et 5 minutes). Ceci pourrait être dû à la formation de liaisons covalentes lors de la polymérisation de la poudre au cours du temps.

IV.2 Epaisseur globale de finition et pénétration dans le bois

Les clichés de la Figure 68-a et de la Figure 68-b représentent respectivement l'évolution de l'épaisseur globale du feuillet au cours de la cuisson IR et une estimation de la pénétration de la finition dans le substrat.

Après un chauffage de 1min30s seulement, la finition reste essentiellement à l'état de poudre et le revêtement a une épaisseur de 160 μm alors qu'au-delà de 3 minutes, son épaisseur n'est plus que de 100 μm (cf. Figure 68-a).

Nous voyons par ailleurs que la finition commence à suivre de moins en moins le « relief » du substrat lorsqu'elle fond et qu'elle pénètre moins dans les gros vaisseaux du bois. En effet, d'après la Figure 68-b, alors qu'après 1,5 minutes de chauffage, la poudre qui fond peut pénétrer jusqu'à 110 μm dans les pores de gros diamètre, à partir de 4 minutes de cuisson, cette profondeur de pénétration est significativement réduite (40 μm) pour atteindre 30 μm au bout de 6 minutes. Cette pénétration comprise entre 30 et 40 μm semble minimale, ce qui signifie qu'à partir de 4 minutes de cuisson et au delà, le polymère fondu ne pénètre plus davantage.

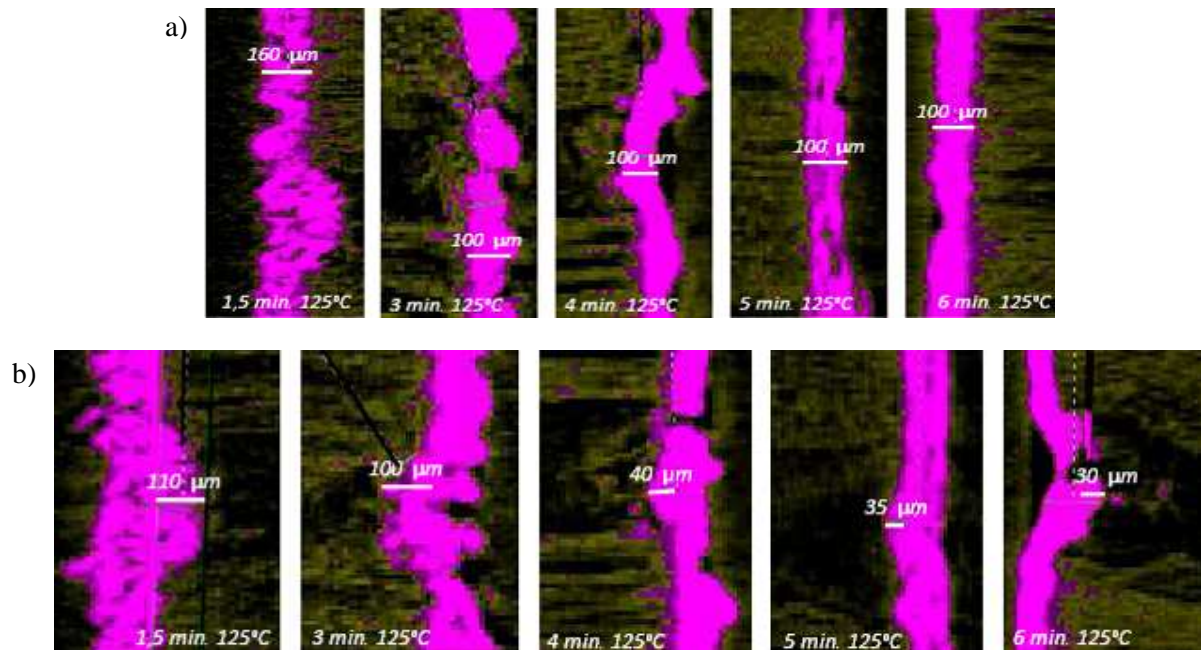


Figure 68: a) Epaisseur globale, b) Pénétration de la finition dans le substrat en cours de cuisson

IV.3 Etude de la surface en profilométrie

Nous observons des variations de l'état de surface (rugosité) au cours de la « cuisson » de la poudre via la cartographie de la surface et la détermination de la rugosité de surface. Comme observé sur les clichés de la Figure 67, la finition devient globalement de plus en plus lisse lors de sa fusion (Figure 69), avec des bosses et des vallées plus larges (amplitudes plus faibles).

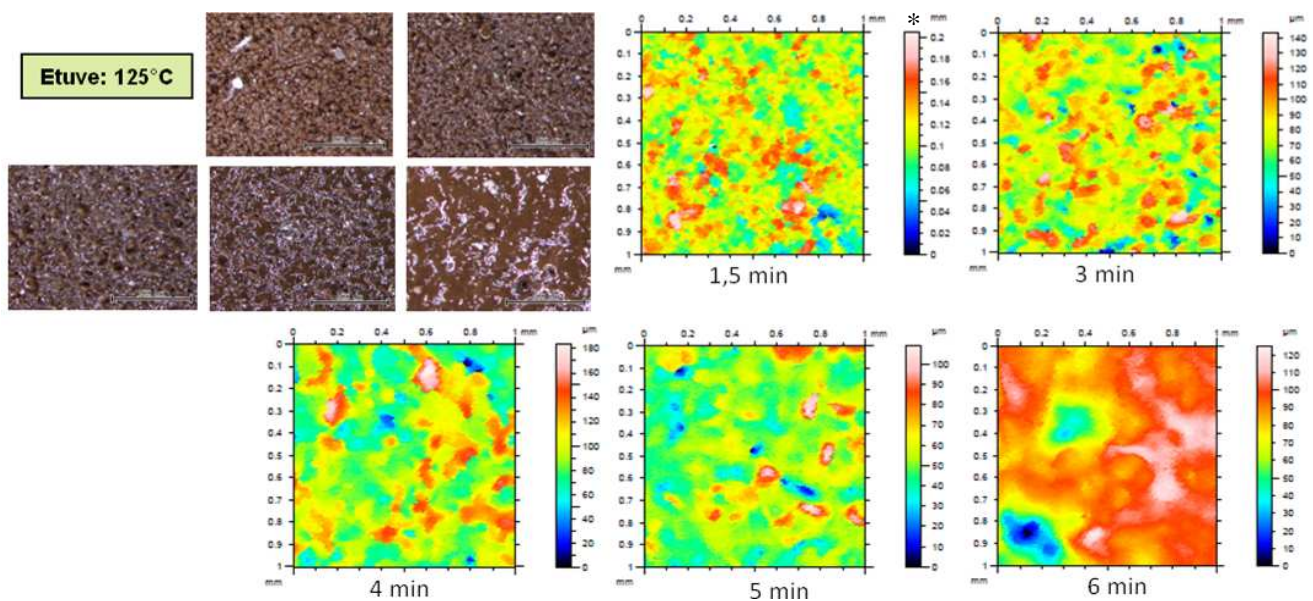


Figure 69: Evolution de l'état de surface de la finition au cours du temps

*L'échelle colorimétrique de la cartographie représente une variation de distance entre le capteur et la surface de l'éprouvette

L'aspect grainé de la poudre s'estompe progressivement jusqu'à l'obtention d'un aspect lisse autour de 5-6 minutes. Ceci est confirmé par la détermination du paramètre de rugosité Ra

qui diminue lorsque le temps de cuisson augmente, puisque les particules de poudre fondent et permettent au film de s'amincir (Figure 70).

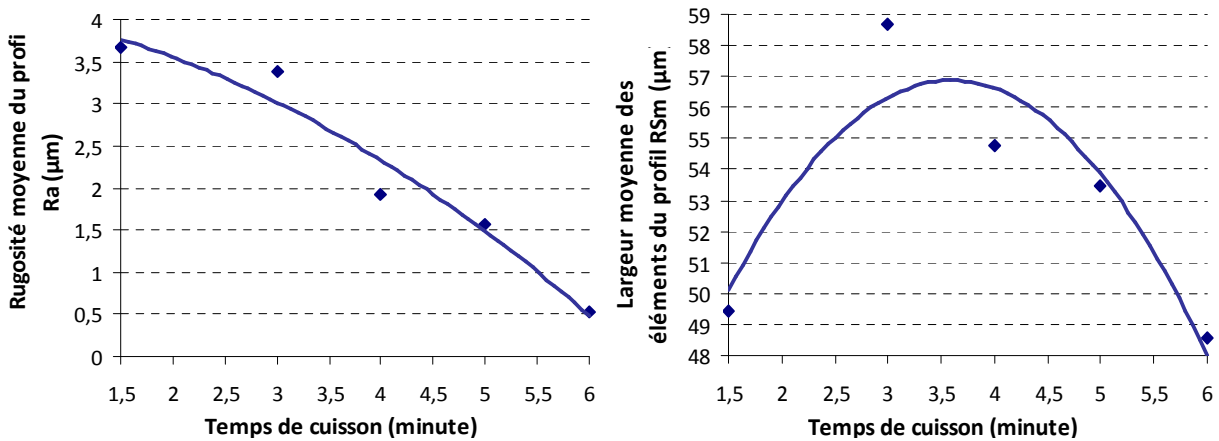


Figure 70: Evolution des paramètres de rugosité Ra et RSm au cours de la cuisson de la poudre

Nous observons également une évolution de la largeur moyenne des éléments du profil avec une augmentation assez importante entre 1,5 et 3 minutes de cuisson, puis une diminution lorsque le temps de cuisson augmente. Ceci est certainement dû au fait que la poudre commence à fondre entre 1,5 et 3 minutes de chauffage, perdant alors son aspect grainé, les particules s'agglomérant entre elles, le relief étant plus aplati et plus large (RSm égal à 59 µm contre 50 µm à l'état initial). Puis au-delà de 3 minutes de cuisson, la résine fond de plus en plus, et polymérise. La finition subit des tensions internes et prend davantage la forme de la surface du substrat, ce qui diminue la largeur des éléments de rugosité à 48,8 µm, soit environ le diamètre des pores de bois de chêne.

IV.4 Conclusions sur la pénétration des finitions poudres

Grâce à cette étude, nous savons qu'après 1,5 minute de cuisson à 125°C, la finition commence seulement à fondre et qu'elle conserve un fort caractère granulaire. La poudre est en pleine phase de fusion entre 3 et 5 minutes de cuisson, ce qui réduit fortement les paramètres de rugosité et permet à la finition de pénétrer plus profondément dans le substrat. Puis entre 5 et 6 minutes de chauffage, la résine polymérise dans sa totalité, ce qui crée des tensions internes qui diminuent l'épaisseur du feuil et lui donne un aspect tendu.

La Figure 71 schématise l'évolution de la finition poudre en cours de cuisson en corrélation avec les paramètres de rugosité Ra et RSm.

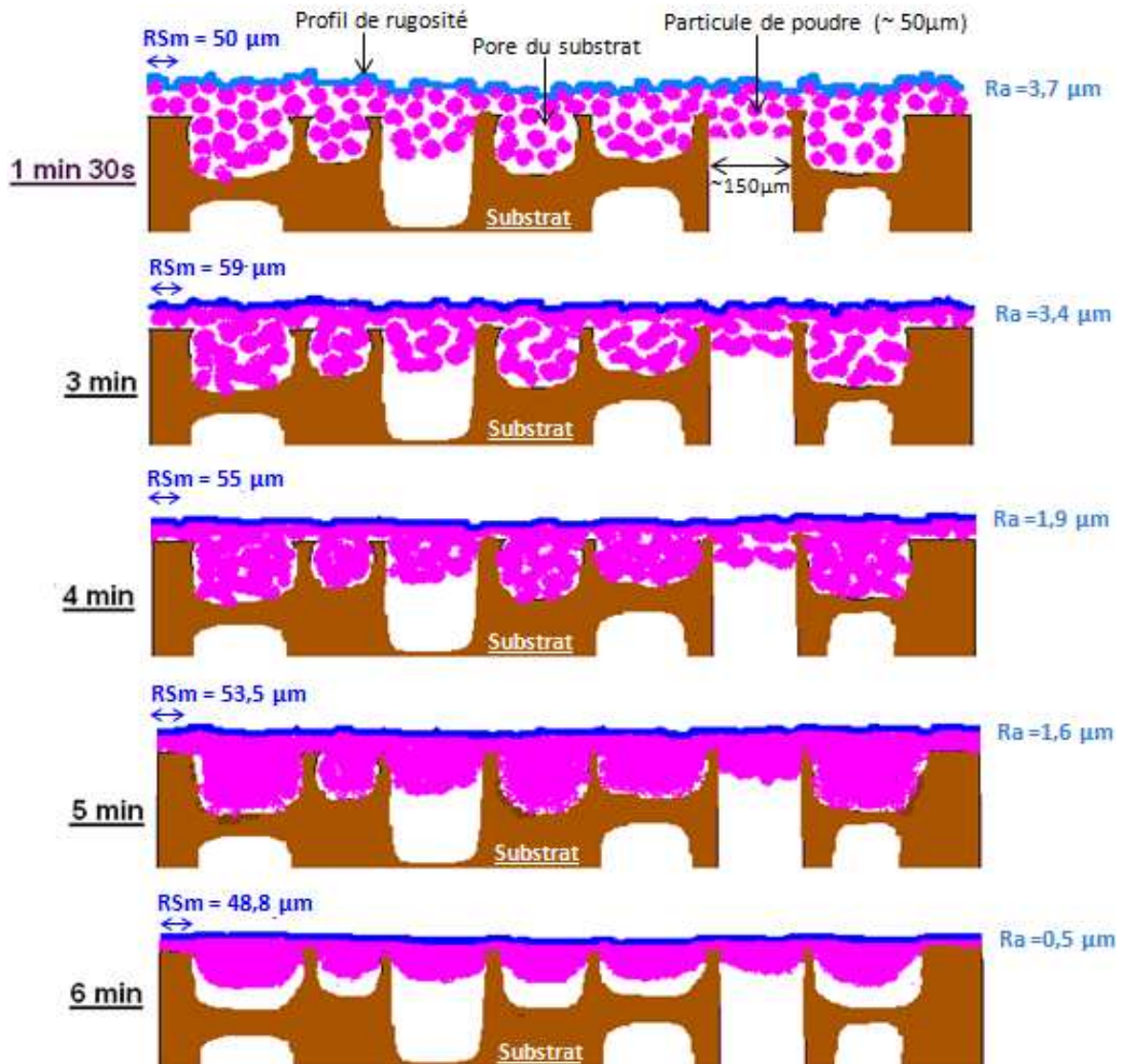


Figure 71: Schéma interprétatif de la pénétration de la finition dans le substrat pendant le chauffage

V. CONCLUSION

La tomographie par rayons X est une technique originale par rapport à d'autres méthodes plus classiques (microscopie électronique à balayage (avec analyse aux rayons X), de microscopie par fluorescence, autoradiographie C¹⁴ ...), et surtout non destructive pour observer différents revêtements sur des bois massifs et des matériaux à base de bois et déterminer leur pénétration. Cette étude a permis d'obtenir des résultats qui sont proches de ceux obtenus par d'autres auteurs, ce qui tend à montrer la légitimité de cet outil d'analyse pour l'étude des finitions. Toutefois, le maximum de précision ne permet pas d'obtenir actuellement une taille de voxel (pixel de volume) inférieure à 7 µm de côté, ce qui est un peu élevé pour une étude complète. Il serait notamment intéressant de voir beaucoup plus de détails dans les caractéristiques de la pénétration de revêtements: type de cellules, transport à travers les trachéides...

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

Plusieurs études ont montré que la pénétration des liquides dans les substrats est due principalement à la capacité d'écoulement du produit dans les extrémités ouvertes des pores cellulaires ^{[148], [152]}. Concernant ce point, nous avons noté une forte variabilité entre les différentes espèces de bois étudiées. En effet, la porosité de chacun d'eux est différente et permet une pénétration plus ou moins profonde. Des bois avec une petite capillarité cellulaire, comme les résineux peuvent provoquer une sorte de congestion de la peinture lors de son entrée et ne pas permettre une pénétration importante de la peinture, par rapport à certaines espèces de feuillus comme le chêne, qui ont des pores plus gros. Cependant, ces caractéristiques peuvent changer selon l'environnement géographique et climatique dans lequel les arbres ont poussé car leur anatomie en dépend. Les professionnels doivent toutefois être conscients de la présence de vaisseaux remplis par des thylls pour les bois à large zone initiale poreuse comme le chêne ou de la résine dans les trachéïdes des résineux qui peuvent bloquer la pénétration de la peinture dans le bois.

Concernant les finitions liquides, le type de résines et de solvants semblent également jouer un rôle important sur la pénétration de la finition. Le bois est un matériau composé principalement par des macropolymères comme la cellulose, les hémicelluloses et la lignine qui sont plutôt hydrophiles, c'est pourquoi les revêtements aqueux pénètrent plus facilement dans le bois. Au contraire, le MDF est un composite de bois qui contient une grande quantité d'une matrice plastique hydrophobe qui peut interagir avec les solvants organiques. C'est pourquoi la finition en phase solvant pénétrerait mieux dans celui-ci. Nous comprenons alors que la pénétration de la finition dans les matériaux bois ou à base de bois dépend aussi de l'affinité chimique entre leurs constituants respectifs. Une attraction et des interactions par des forces polaires et dispersives entre le solvant et le bois avant le séchage de la finition sont très importantes et déterminent le taux de pénétration. Si nous considérons seulement les bois massifs, il est envisageable que l'épaisseur de pénétration puisse être étroitement liée à la quantité de matières extractibles hydrophiles ou hydrophobes. Même pour un bois à cellules de petit diamètre, la pénétration du revêtement liquide serait rendue possible grâce à ces composés. Une étude plus approfondie de la composition chimique exacte et des proportions de chaque composés (par exemple les matières extractibles hydrophiles ou hydrophobes) pourrait être une perspective à notre travail qui appuyerait encore davantage nos résultats.

Quant à la finition poudre, sa profondeur de pénétration est inférieure à celle des finitions liquides. Elle ne pénètre pas vraiment dans le bois à l'état de poudre et la période de fusion est

CHAPITRE 2 : ETUDE DE L'INTERFACE FINITION-SUBSTRAT

courte en raison du processus de cuisson qui est extrêmement rapide. Par ailleurs, comme elle ne contient aucun solvant, elle est très visqueuse à l'état fondu, ce qui ne facilite pas sa pénétration dans le matériau par capillarité. En effet, la polymérisation en masse et donc le durcissement de la poudre est plus rapide que celui des finitions liquides qui nécessite l'évaporation du solvant. Cependant, cette étude a montré que les substrats à texture grossière tels que le chêne et le MDF semblent être tout à fait bien adaptés à ce type de procédé de finition étant donné que leurs paramètres de rugosité et leur porosité permettent encore à la poudre fondue de pénétrer suffisamment à l'intérieur et générer une interface durable et résistante.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [142] Van den Bulcke J., Masschaele B., Dierick M., Van Acker J., Stevens M., Hoorebeke L. Three-dimensional imaging and analysis of infested coated wood with X-ray submicron CT. *International Biodeterioration & Biodegradation* 61 (2008) 278-286
- [143] Van den Bulcke J., Rijckaert V., Van Acker J., Stevens M. Quantitative measurement of the penetration of waterborne coatings in wood with confocal laser microscopy and image analysis. *Holz als Roh-und Werkstoff* 61 (4) (2003) 304-310
- [144] Van den Bulcke J., Boone M., Van Acker J. et Van Hoorebeke L. J. High-resolution X-ray imaging and analysis of coatings on and in wood. *Journal of Coating Technology Research* 7 (2) (2010) 271-277
- [145] de Meijer M., Thurich K., Militz H. Quantitative measurements of capillary coatings penetration in relation to wood and coating properties. *Holz-Roh-Werkstoff* 59 (2001) 35-45
- [146] Pettersen R. C. The chemical composition of wood. In: R. M. Rowell, Ed. The chemistry of solid wood. Advances in chemistry series 207. Washington, DC: American Chemical Society 1984: Chapter 2
- [147] Rowell R. M. et al. Cell wall chemistry. In: R. M. Rowell, ed. Handbook of wood chemistry and wood composites. CRC Press, 2005: Chapter 3
- [148] de Meijer M., Thurich K., Militz H. Comparative study on penetration characteristics of modern wood coatings. *Wood Science and Technology* 32 (1998) 347-365
- [149] Fengel D., Wegener G. Wood. Chemistry, ultrastructure, reactions. Walter de Gruyter : Berlin & New York (1984)
- [150] Richter H. G. et Dallwitz M. J. 2000 onwards. Commercial timbers: descriptions, illustrations, identification, and information retrieval. Version: 25th June 2009, <http://delta-intkey.com/>
- [151] Ahmed S. A., Chun S. K., Miller R. B., Chong S. H., Kim A. J. Liquid penetration in different cells of two hardwood species. *Journal of Wood Science* 57 (2011) 179-188
- [152] Venet J. Identification et classement des bois français, 2nde édition revue par R. Keller, Engref-Nancy (1986) 308 p

CHAPITRE 3 : VIEILLISSEMENT EXTERIEUR DE SYSTEMES FINITIONS POUDRE-SUBSTRAT

I	INTRODUCTION	150
II	MATERIELS ET METHODES.....	155
II.1	Dispositifs de vieillissement artificiel	155
II.1.1	<i>Exposition accélérée sur roue de dégradation de type Gardner</i>	155
II.1.2	<i>Vieillissement artificiel par exposition aux UV et à l'eau</i>	156
II.2	Caractérisation d'échantillons vieillis	157
II.2.1	<i>Les défauts de finition</i>	157
II.2.2	<i>Variations de couleur et de brillance</i>	158
II.3	Poudres et méthodes d'application.....	158
II.3.1	<i>Finitions poudres sur MDF</i>	158
II.3.2	<i>Finitions poudres sur multipli de bouleau</i>	159
II.3.3	<i>Finitions poudres sur bois massif</i>	159
II.3.4	<i>Vernis poudres sur MDF plaqué bois massif</i>	159
III	RESULTATS ET DISCUSSION.....	159
III.1	Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur MDF	159
III.2	Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur du multipli de bouleau	160
III.2.1	<i>Résultats pour la finition poudre opaque</i>	160
III.2.2	<i>Résultats pour la finition vernis transparente</i>	161
III.3	Vieillissement artificiel sur roue Gardner et enceinte QUV de finitions poudres sur du bois massif.....	162
III.3.1	<i>Résultats pour le vernis 640UV</i>	162
III.3.2	<i>Résultats pour les poudres opaques 700LB et 640UV</i>	164
III.4	Vieillissement artificiel dans l'enceinte QUV de vernis poudres sur MDF plaqué bois massif.....	165
IV	CONCLUSION	167
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	169

I. INTRODUCTION

Le vieillissement se manifeste par des altérations lentes, progressives et irréversibles du film de finition dont le rôle principal est de protéger le matériau qu'il recouvre. Ce vieillissement est dû d'une part à la finition elle-même qui est plus ou moins stable de manière intrinsèque (instabilités thermodynamiques) et d'autre part à des agressions extérieures provenant du milieu (interactions avec l'environnement) dans lequel se trouve le matériau, ce qui modifie ses caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques ^[79].

C'est donc un phénomène extrêmement complexe qui fait intervenir de nombreux processus élémentaires qui se combinent, que le matériau soit utilisé en intérieur ou en extérieur. Il est très difficile de modéliser le vieillissement d'une finition et de prédire la durabilité de la protection car on ne peut pas connaître la fréquence d'apparition, ni l'importance relative, ni la succession dans le temps de ces facteurs. De plus, une finition bois doit être capable de suivre sans rupture et sans décollement les variations dimensionnelles du bois. Cette caractéristique de souplesse des finitions est très difficile à apporter et elle est souvent leur handicap principal, à l'origine de fractures à l'interface substrat-finition ^[154].

D'après les différentes études réalisées sur le vieillissement des polymères, on peut cependant comprendre certains mécanismes de vieillissement si on sépare les facteurs de stress. Par ailleurs, le vieillissement des films polymères peut avoir lieu via différents mécanismes chimiques qui sont la dégradation photochimique, l'oxydation thermique et l'hydrolyse.

• Influence de la lumière et de l'oxygène sur le vieillissement :

La lumière et l'oxygène sont les principales causes de la photo-dégradation. Les rayons UV, qui ne représentent que 5% du rayonnement solaire total sont particulièrement destructifs et constituent le plus agressif des agents d'altération des produits de finition (surtout ceux dont les longueurs d'ondes d'absorption sont comprises entre 290 et 400 nm) ^[155]. Le Tableau 44 présente les actions des différents rayonnements UV sur les produits de finitions mis en œuvre.

Bande UV	Propriétés
UV A : $\lambda = 400-315$ nm	Responsables de quelques dégradations des polymères Sont transmis par les vitres Interviennent dans les expositions intérieures
UV B : $\lambda = 315-280$ nm	Responsables de la plupart des dégradations des polymères Longueurs d'onde les plus basses rencontrées dans le spectre solaire atteignant la Terre
UV C : $\lambda \leq 280$ nm	N'atteignent pas la surface terrestre Causent des dégradations qui ne sont pas rencontrées en vieillissement climatique

Tableau 44: Conséquences des UV A, UV B et UV C sur les finitions ^[156]

Lors d'un vieillissement naturel, les polymères qui constituent les finitions subissent des réactions de photo-oxydation qui provoquent des modifications chimiques et structurales. Les matières qui vieillissent naturellement sont toujours exposées à l'oxygène et plus il y a d'oxygène, plus les altérations sont accélérées et importantes ^[157]. Les réactions de photo-oxydation sont des processus radicalaires en chaîne et l'on peut leur appliquer le schéma traditionnel des réactions en chaînes : l'amorçage se fait par photolyse d'espèces réactives dans la résine (groupements phénoliques par exemple), la propagation par réaction avec l'oxygène (très rapide) et par arrachement d'un atome d'hydrogène au polymère constituant la résine et la terminaison du processus forme des espèces instables de type peroxydes (POOP) et hydroperoxydes (POOH) susceptibles de redevenir eux-mêmes des radicaux sous l'action de la lumière et d'amorcer à nouveau des réactions en chaîne ^[155].

La lignine du bois à l'interface bois-finition, surtout pour les finitions transparentes est un polymère particulièrement susceptible d'être touché par la photo-oxydation. En effet, des chromophores capables d'absorber des photons du rayonnement solaire sont présents dans sa structure moléculaire et peuvent conduire à la formation d'espèces radicalaires intervenant dans les processus de dégradation du système complet bois-finition ^[158].

Lors de l'exposition au rayonnement solaire, les liaisons bois-résines sont affaiblies et des écaillages peuvent apparaître. Pour limiter les altérations du film de finition lui-même, des additifs de stabilisation (absorbants UV, antioxydants, ...) sont ajoutés dans les formulations des résines.

Il est possible de limiter les effets du rayonnement sur les finitions en ajoutant dans les formulations des stabilisateurs de lumière tels que les HALS (hindered amine light stabilizers ou amines stériquement encombrées dérivées de 2,2,6,6-tétraméthylpiperidine), ou des absorbants d'UV comme l'Ox (oxalanilide), l'HPT (hydroxyphényl-s-triazine), la BP (2-hydroxy-benzophénone) et le BTZ (2-(2-hydroxyphényl)-benzotriazole) ^[159]. Par nature, un absorbant UV est un matériau dont la fonction est d'absorber totalement ou partiellement le rayonnement UV du spectre solaire, afin de minimiser la dégradation de toute substance à laquelle il est adjoint. Ces molécules sont représentées sur la Figure 72.

Les réactions d'oxydation ont une forte influence dans le vieillissement des polymères. L'imperméabilité d'une finition face à l'oxygène dépend de son épaisseur mais aussi de sa structure physico-chimique. En effet, si elle est cristalline, son imperméabilité est totale, si elle est vitreuse, l'imperméabilité est élevée mais par contre elle est faible dans les zones caoutchouteuses ^[160].

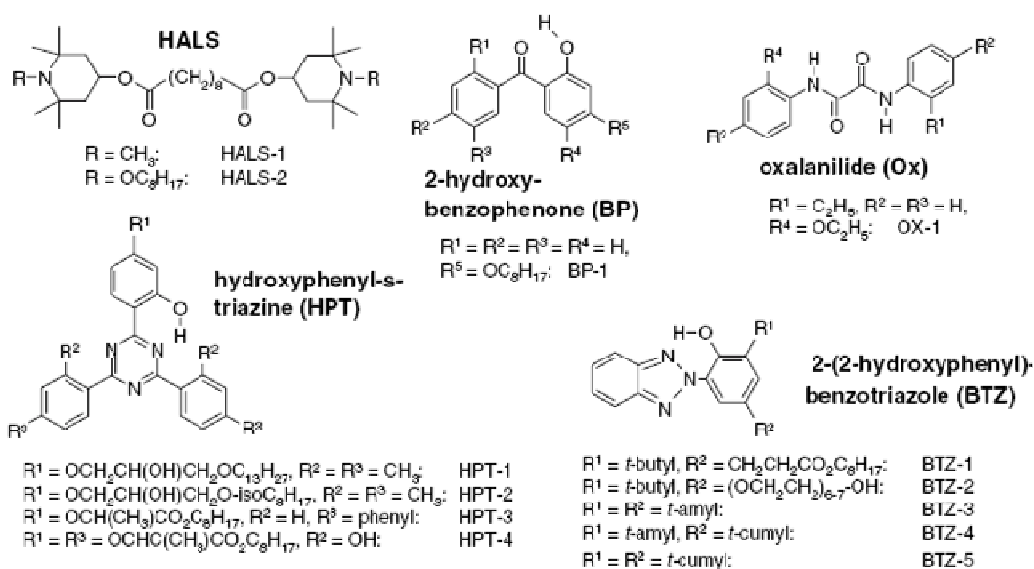


Figure 72: Stabilisateurs de lumière HALS, et absorbeurs d'UV Ox, BP, BTZ et HPT^[159]

• **Influence de la température sur le vieillissement :**

Par ailleurs, la température à la surface des matériaux joue un rôle important dans le vieillissement naturel. L'oxydation thermique est une réaction qui peut, comme la photolyse, amorcer les processus chimiques en chaîne de dégradation. Elle dépend de la température ambiante, de l'exposition vis-à-vis de l'ensoleillement de la surface et de l'absorptivité solaire qui est fonction de la couleur et de la brillance de la finition^{[161], [162]}. Plus la température ambiante est élevée, plus la température au niveau du film de finition est élevée (encore plus si la finition est foncée), plus la dégradation est forte. L'alternance des cycles chauds et froids entre le jour et la nuit et entre la période hivernale et estivale soumet le film à de sévères contraintes thermoplastiques^[160]. Si la température ambiante est supérieure à la Tg de la résine, le réseau macromoléculaire n'est plus figé et devient plus perméable à l'oxygène (cas en été)^{[160], [162]}.

• **Influence de l'eau sur le vieillissement :**

L'eau sous ses différentes formes (immersion, ruissellement, dépôt de rosée, humidité ambiante) peut également affecter les systèmes bois-finition par action hydrolytique^[163] mais c'est essentiellement la condensation qui crée le plus de dégradation comparativement à la pluie par exemple. La durée et la fréquence des périodes d'humidité, ainsi que les variations d'humidité dans l'atmosphère sont des facteurs à prendre en compte dans le vieillissement.

La réaction d'hydrolyse simplifiée est la suivante : $-X-Y + H_2O \rightarrow -X-OH + HY-$. Cette réaction chimique peut être plus ou moins néfaste en termes de tenue de la finition selon la position latérale ou principale des groupements (-X-Y) du polymère réagissant avec l'eau. En effet, si la proportion la plus importante de groupements réagissant avec l'eau se trouve sur la

chaîne principale du polymère de la finition plutôt que sur des ramifications (résines acryliques), alors il y a de nombreuses ruptures de chaînes et une forte réduction de la résistance mécanique de la finition est observée ^[160].

On peut noter que la rosée joue le rôle de vecteur d'oxygène et que l'eau de pluie a une action lessivante (décolore, élimine les particules non adhérentes suite à une altération plus ancienne et érode la surface de la finition). Ces actions physiques engendrent une accélération des dégradations chimiques de la finition ^[164] et une aggravation mécanique (phénomènes de retrait du matériau) par pénétration sous le film.

Sur la Figure 73, nous pouvons voir un exemple de dégradation que peut subir une finition soumise à l'ensemble des agressions décrites précédemment.

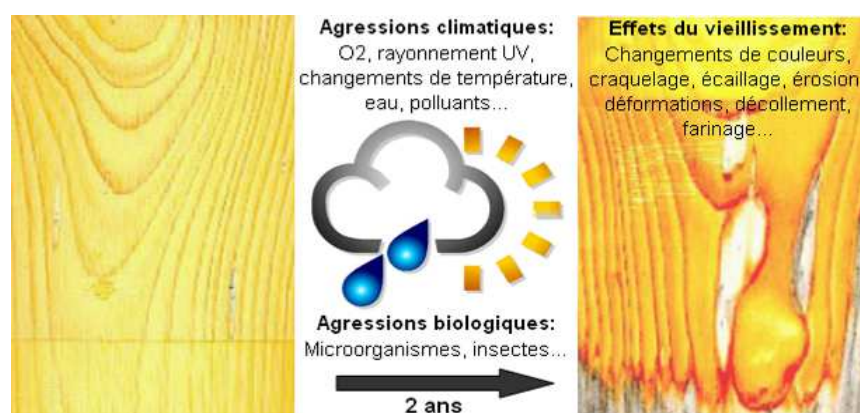


Figure 73: Les conséquences des agressions subies par les finitions au cours du temps

Remarque : Par ailleurs, même si les polymères synthétiques utilisés dans les finitions applicables au bois sont relativement inertes aux attaques microbiologiques, l'attaque fongique est favorisée par l'érosion et les fissures préexistantes. Ce sont les résines contenant des molécules hydrolysables de type polyesters, polyéthers et méthacrylates qui sont les plus sensibles à la biodégradation par les champignons ^[155]. Certains insectes tels que les termites sont capables de dégrader des films de polymères synthétiques, bien qu'ils ne les assimilent pas.

D'une manière générale, une telle dégradation par des organismes vivants peut très souvent être supprimée par l'addition d'agents biocides dans la formulation de la finition, par un fort degré de réticulation des polymères et une surveillance des dégradations photochimiques ^[155].

Les dégradations liées au vieillissement du film de finition engendrent des modifications de son état de surface au point de vue microscopique (modifications chimiques à l'échelle du polymère) mais aussi macroscopique avec des aspects plus ou moins inesthétiques et des pertes

de caractéristiques mécaniques. Voici les principales observations faites sur des finitions soumises à un vieillissement :

• **les changements de couleur :**

Suite à une mesure de l'écart de couleur ΔE dans le repère CIEL*a*b*, il s'avère que :

- Les résines de type acrylique et polyuréthane jaunissent suite à un vieillissement artificiel avec un appareil de type QUV (cycle de 2h d'irradiation UV à 340 nm à 60°C et 1/2h de condensation à 50°C, le tout pour une exposition de 300h) ^[165],

- Les résines alkydes (alkyde-mélanine) ont tendance à jaunir et même rougeoier.

Remarque : Les changements de couleur sont visibles à l'œil nu lorsque les phénomènes de dégradation provoquent un écart de couleur ΔE supérieur à 1 ^{[160] [164]}.

• **le cloquage :**

Il s'agit d'un décollement partiel du film de finition qui forme une bulle pouvant se rompre. Les études menées sur les mécanismes de cloquage montrent que c'est le rayonnement UV qui amorcerait la dégradation du feuil et qu'en présence d'eau et d'oxygène, des produits d'oxydation seraient formés et piégés dans l'épaisseur du feuil. En présence d'eau liquide, ces molécules seraient transportées en profondeur du feuil et solubilisées, provoquant un système osmotique attirant de plus en plus l'eau sous le feuil et faisant gonfler ces cloques ^[166].

• **les variations dimensionnelles, le craquelage et les fissures :**

L'absorption d'eau et les changements de température sont les principales causes des variations dimensionnelles du film de finition ^[160]. Cette absorption d'eau plastifie dans un premier temps la finition en écartant les chaînes de polymère, puis elle finit par détruire la cohésion mécanique du réseau complet (Figure 74).

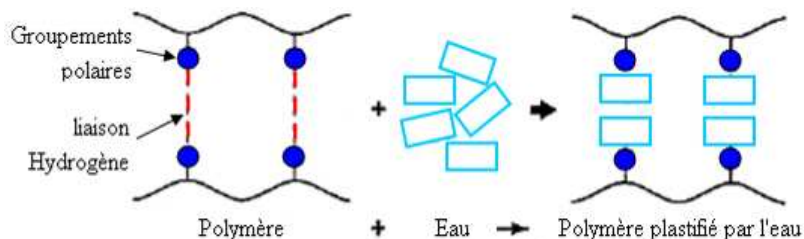


Figure 74: Destruction partielle de la cohésion mécanique du réseau

Il est important aussi de noter que les augmentations de la Tg et de la contrainte interne de la finition au cours du temps sont également des facteurs qui diminuent la flexibilité du feuil et donc sa résistance mécanique ^[160].

Il s'agit d'un cercle vicieux car une rupture brutale des températures peut créer des craquelures et/ou des fissures dans la finition qui constituent des passages facilités pour l'eau et

donc de nouvelles variations dimensionnelles pour la finition et même le substrat (gonflement du bois)^[162].

Les craquelures dans le film de finition sont des sortes de fissures dont les lèvres sont fermées par des fibrilles de polymère de forte résistance mécanique, qui peuvent ensuite se déchirer et former des fissures^[155].

• **l'écaillage :**

Ce type de décollement du feuil de finition altère fortement son adhérence. Il est d'abord dû à une rupture des liaisons chimiques qui s'étaient établies lors de l'application et du durcissement de la finition entre la résine et le substrat, puis ensuite par la réduction de l'ancrage mécanique suite aux diverses agressions de l'eau^[155].

• **l'érosion et la perte de brillance :**

Suite à une exposition prolongée en milieu extérieur, la brillance du film de finition diminue. Au début du vieillissement, la formation de micro-cloques, puis la migration des pigments en surface du feuil dans un second temps seraient les causes de cette baisse de brillance^[155]. Cette remontée des pigments vers la surface du film de finition engendrerait un poudrage du film de finition, que l'on appelle souvent « farinage »^[161].

II. MATERIELS ET METHODES

II.1 Dispositifs de vieillissement artificiel

II.1.1 Exposition accélérée sur roue de dégradation de type Gardner

L'essai se fait selon la procédure préconisée par le FCBA. La roue de dégradation Gardner (Figure 75) a un diamètre extérieur de 1,5m et effectue un tour complet en 1h30.

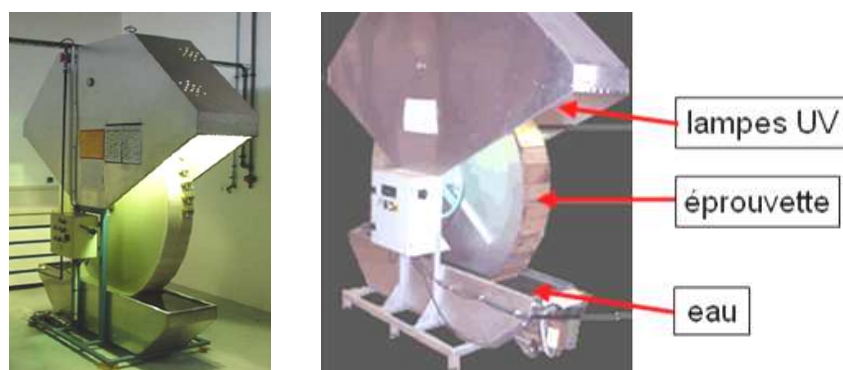


Figure 75: Roue Gardner pour vieillissement naturel accéléré des éprouvettes

Le cycle de dégradation s'établit en 4 phases :

- Phase 1 : ensoleillement sous 6 lampes mixtes IR-UVvisible distantes de 30 cm de la surface de l'éprouvette de façon à ce que la température de la surface soit de 40°C pendant 24 minutes,
- Phases 2 et 4 : air ambiant, pendant 27 minutes,
- Phase 3 : immersion dans l'eau distillée à température ambiante pendant 12 minutes.

Les éprouvettes subissent une exposition totale qui dure 2 fois 3 semaines en continu (soit environ 2×500 h) avec une stabilisation au milieu (20°C±2°C et 65%±5% d'humidité relative).

II.1.2 Vieillessement artificiel par exposition aux UV et à l'eau

Cet essai, régi par la norme NF EN 927-6 ^[167] permet de déterminer la résistance d'une finition au vieillissement artificiel provoqué par des lampes UV fluorescentes et des dispositifs de condensation et de pulvérisation d'eau par examen visuel des modifications de l'état de surface de la finition.

L'enceinte d'essai utilisée de marque QUV Weathering tester-Modèle QUV Spray émet un rayonnement UV-A (8 lampes) centré à 340 nm réglée à 0,89 W/ mm² et humidifie les éprouvettes par condensation et pulvérisation d'eau (Figure 76).



Figure 76: Cabine de vieillissement artificiel QUV

Les éprouvettes en pin sylvestre, préalablement conditionnées à 20°C et 65% d'humidité (exigences selon la norme ISO 554 ^[168]) sont peintes sur toutes les faces. Un lot de 3 éprouvettes est soumis sans interruption à 12 cycles d'exposition qui durent chacun 1 semaine. Ce cycle d'exposition comporte une période de condensation, suivie d'un sous-cycle de pulvérisation d'eau et d'exposition au rayonnement UV-A 340, selon le Tableau 45.

Etape du cycle	Fonction	Température	Durée	Conditions
1	Condensation de	45 ± 3°C	24 h	
2	Sous-cycle 3 + 4		48 × 3 h	
3	Rayonnement UV	60 ± 3°C	2 h 30 min	0,89 W.m ² .nm ⁻¹
4	Pulvérisation d'eau		30 min	6 à 7 L/min

Tableau 45: Cycle d'exposition UV-eau

II.2 Caractérisation d'échantillons vieillis

Des essais d'adhérence par quadrillage (après 2 jours, puis après une semaine de stabilisation à 20°C et 65% d'humidité) sont effectués suivant la norme NF EN ISO 2409 [169]. D'autres essais présentés ci-dessous ont également pu être réalisés suivant les échantillons.

II.2.1 Les défauts de finition

Les normes NF EN ISO 4628-1 [170], NF EN ISO 4628-2 [171], NF EN ISO 4628-4 [172], NF EN ISO 4628-5 [173] NF EN ISO 4628-6 [174] permettent d'évaluer l'intensité, la qualité et la dimension des types courants de défauts sur les finitions tels que l'écaillage, le cloquage, le craquelage ou le farinage.

La vérification des défauts d'aspect des finitions doit se faire en utilisant une source lumineuse fluorescente blanche (éclairage de 800 à 1000 lux et température thermodynamique d'environ 5000 K), fixée perpendiculairement à la surface à examiner. La lumière indirecte, en particulier la lumière du jour, doit être évitée pour ne pas fausser l'examen et l'examineur doit se trouver à une distance minimale de 0,5 m de la surface en question avec une vue normale.

Désignation du défaut : bullage, blanchiment, frisage, cloquage, écaillage.

Importance du défaut (ex : l'écaillage) : calcul du pourcentage que représente la surface écaillée par rapport à la surface totale, et classement selon les catégories (Tableau 46).

Niveau de dégradation	Désignation (% de surface écaillée)
0	nul 0
1	inférieur - peu 0,1
2	peu 0,3
3	moyen 1
4	moyen -dense 3
5	dense 15

Tableau 46: Les catégories de dégradations sous forme d'écaillage

Dimension moyenne des défauts : Les dimensions individuelles de chaque unité de défaut sont mesurées. On les classe ensuite suivant une échelle numérique (Tableau 47).

Taille	Désignation
0	Invisible sous agrandissement ×10
1	Juste visible sous agrandissement ×10 ou jusqu'à 1 mm pour l'écaillage
2	Juste visible à l'œil nu ou jusqu'à 3 mm pour l'écaillage
3	Clairement visible à l'œil nu ou jusqu'à 10 mm pour l'écaillage
4	De 0,5 à 5 mm ou jusqu'à 30 mm pour l'écaillage
5	Supérieure à 5 mm ou 30 mm pour l'écaillage

Tableau 47: Les catégories de tailles des défauts

II.2.2 Variations de couleur et de brillance

Les finitions sont analysées de semaine en semaine pour observer l'évolution de leur couleur et de la brillance. L'évaluation de la couleur des feuil doit se faire selon la norme (EN ISO 7724-2) ^[175], mais dans notre étude, nous avons simplifié l'inspection en utilisant simplement un colorimètre qui permet d'évaluer les modifications de couleur selon le modèle de représentation CIEL*a*b* (Figure 77).

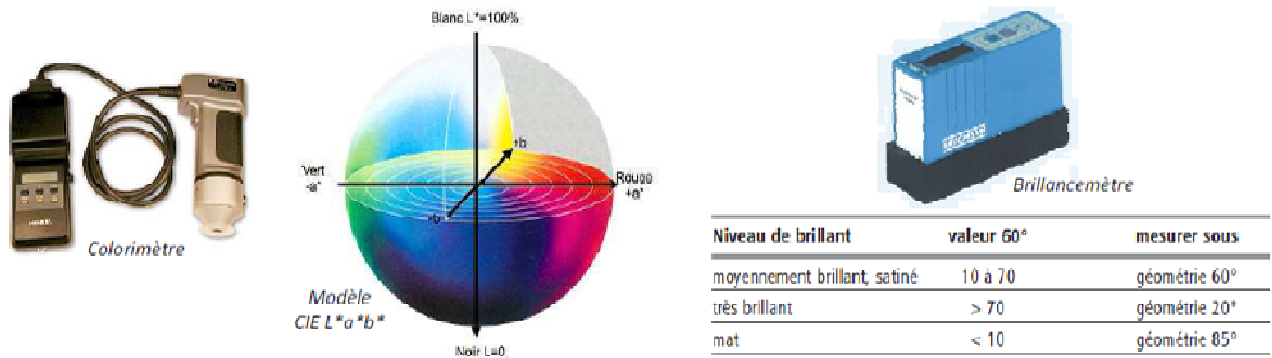


Figure 77: Matériel et méthode d'évaluation du vieillissement des finitions

Le brillancemètre micro-TRI-gloss (Erichsen) avec angle d'illumination de 60° au début (feuil semi-brillants à semi-mats) et de 85° à la fin (films très mats) permet d'estimer les pertes de brillance (Figure 77) selon les instructions des normes (NF EN ISO 2813) ^[176] et NF EN 13722 ^[177].

II.3 Poudres et méthodes d'application

II.3.1 Finitions poudres sur MDF

Nous avons tout d'abord traité le MDF avec des poudres à cuisson thermique de type 700LB violet 100 grainé (FH353F). Nous avons ensuite essayé une poudre 640UV vert lisse satin (9K151F) pour application en extérieur.

Nous avons appliqué les paramètres de poudrage qui permettent d'obtenir une épaisseur de feuil comprise entre 100 et 130 µm. Les échantillons ont été caractérisés en épaisseur, brillance, couleur, adhérence du feuil, résistance à l'acétone et en aspect général avant d'être exposés sur la roue Gardner.

Les perçages effectués pour le poudrage des pièces et leur accrochage sur la roue ont été obstrués par un mastic silicone pour éviter toute entrée d'eau par ces interstices. Tous les chants des échantillons ont également été colmatés grâce à un vernis spécial.

II.3.2 Finitions poudres sur multipli de bouleau

Dans ces essais, nous avons testé un multipli de bouleau de 18 mm d'épaisseur normalement conçu pour une utilisation en extérieur via le vieillissement sur roue Gardner. Nous lui avons appliqué soit une peinture opaque lisse brillante 640UV blanc 672 (9A050F) pour l'extérieur, soit un vernis grainé 640UV (9Z350F). La résine pour les deux finitions est identique ; il s'agit d'une résine à base d'uréthanes acrylates/polyesters insaturés cristallins.

Pour la finition poudre opaque blanche 640UV, nous avons testé deux modalités :

- un échantillon avec 1 couche de 100 µm,
- un échantillon avec 2 couches de finition, l'épaisseur totale étant d'environ 180 µm.

Pour le vernis, l'épaisseur de finition pour cet essai est de 100 µm.

II.3.3 Finitions poudres sur bois massif

Pour cette étude, des bois de hêtre et de chêne ont été testés sur le dispositif QUV et la roue Gardner avec 3 finitions dont la composition chimique change : finition opaque 700LB (époxy-polyester) brune grainée (FM351F), finition grise 640UV (uréthane-acrylate/polyester) lisse mate (DJB 211/15), vernis 640UV lisse brillant (DHG 214/1).

II.3.4 Vernis poudres sur MDF plaqué bois massif

Pour cette étude, nous avons appliqué du *vernis 340UV grainé mat (DKE 226/5)* sur des éprouvettes de MDF plaquées avec du bois massif de hêtre et de chêne. Chaque éprouvette a été colmatée par application d'un mastic à base de silicone sur les chants car le MDF est un matériau qui ne doit pas être au contact de l'humidité. Les éprouvettes ont été placées dans l'enceinte QUV pendant une durée de 3 semaines.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur MDF

Nous souhaitons tester la résistance aux intempéries du MDF recouvert d'une finition opaque pour une utilisation éventuelle en extérieur. Les essais n'ont hélas pas abouti car le substrat ou les finitions ont été endommagés au bout de quelques heures d'essai seulement. En effet, le MDF n'a pas supporté les cycles d'immersion dans l'eau et a très vite gonflé, créant alors des tensions déchirant la finition. Cependant, les 2 finitions employées se comportent différemment comme le montre la Figure 78.

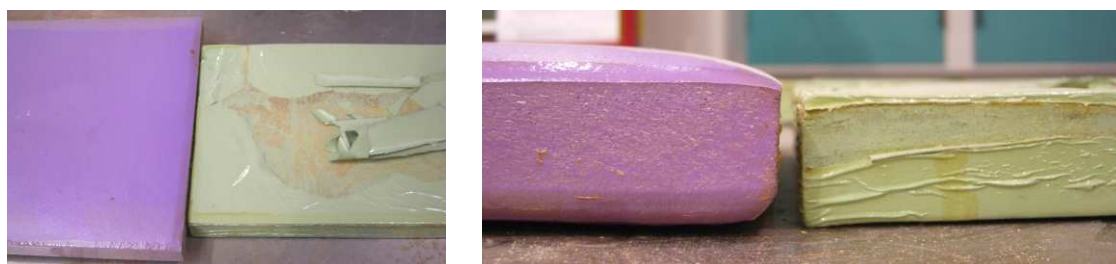


Figure 78: Aspect des finitions 700LB (à gauche) et 640UV (à droite)

La finition 700LB violet 100 (époxy-polyester) aurait plutôt bien suivi les variations dimensionnelles du MDF jusqu'à rupture, en conservant une assez bonne adhérence, alors que la finition 640UV vert 9K151F (uréthanes acrylates/polyesters insaturés cristallins) a fissuré très rapidement et s'est dégradée en écailles n'adhérant absolument plus au substrat.

Nous pouvons donc penser que ces deux types de finitions n'ont pas les mêmes propriétés mécaniques, notamment en termes de souplesse. Or, il s'avère que la poudre 640UV vert est en réalité une poudre plus spécialement dédiée à une application sur des substrats métalliques. Elle est conçue de telle sorte que le feuil formé soit très rigide et présente une Tg relativement haute, le support ne subissant normalement pas de variations dimensionnelles au cours du temps. Nous avons pu voir qu'une Tg de résine trop élevée n'est pas favorable à une application sur un matériau instable dimensionnellement. C'est pour cette raison que cette finition s'est fissurée très rapidement et de manière irréversible sur le MDF.

Nous disposons des valeurs de Tg des 2 poudres (étude DSC en Annexe C5 et Annexe C6). Celle de la finition 700LB est plus importante que celle de la poudre 640UV. Il aurait été plus intéressant de déterminer la Tg des films durcis pour comparaison (expérience non réalisée), car à l'état polymérisé, il est quasiment assuré que cet ordre des Tg est inversé.

III.2 Vieillissement artificiel sur roue Gardner de finitions poudres sur du multipli de bouleau

III.2.1 Résultats pour la finition poudre opaque



Figure 79: Aspect général des 2 échantillons 640UV blanc après 3 semaines – vieillissement Gardner

Nous avons pu très rapidement observer des fissures (dès 3 jours d'essai), surtout pour l'échantillon ne comportant qu'une seule couche de finition (Figure 79). Pour celui-ci, il y a eu plus d'infiltration d'eau d'où des modifications dimensionnelles d'une plus forte amplitude et des fissurations plus rapides et plus marquées.

Par ailleurs, il faut noter qu'à partir du moment où de l'eau s'est infiltrée à l'interface peinture-substrat, l'épaisseur de la finition joue un rôle essentiel pour sa souplesse. En effet, un film épais aura tendance à être rigide et moins déformable qu'un film plus fin qui supportera mieux des variations dimensionnelles et des contraintes internes.

III.2.2 Résultats pour la finition vernis transparente

Les essais avec le vernis sont plus concluants car la finition ne s'est pas fissurée, même au bout de quelques jours. Ces échantillons ont donc subi l'essai entier sur la roue Gardner, c'est-à-dire 2 fois trois semaines d'exposition. Le seul changement visible à l'œil nu est une infiltration d'eau qui fonce un peu le matériau par endroit, mais sans faire cloquer la finition (Figure 80).



Figure 80: Aspect général de l'échantillon avant (à gauche) et après vieillissement (à droite) Gardner

L'étude du vieillissement climatique accéléré du système complet bois-finition a montré que la conservation optimale n'est pas seulement tributaire de la finition elle-même, mais également du substrat qu'elle couvre ^[178]. Les formulations de finitions pour le matériau bois doivent tenir compte des variations dimensionnelles du support. Pour une durabilité de la finition, plusieurs approches sont possibles :

- formuler des finitions très souples en abaissant la Tg en dessous de la température d'utilisation (mais cela augmente considérablement les temps de séchage et conduit à une sensibilité à l'eau trop importante),
- stabiliser le bois dimensionnellement par des traitements physiques ou chimiques (mais ceux-ci modifient l'énergie de surface et peuvent amoindrir l'accrochage de la finition),

- former un composite de surface photopolymérisable (il s'agit d'une sous-couche polymère entre le bois et une finition avec une grande flexibilité qui compense les variations dimensionnelles du support, mais qui peut diminuer l'adhésion du film et être plus ou moins efficace selon les essences utilisées (compte-tenu du rôle joué par les substances extractibles) [179].

III.3 Vieillissement artificiel sur roue Gardner et enceinte QUV de finitions poudres sur du bois massif

III.3.1 Résultats pour le vernis 640UV

• Vieillissement sur roue Gardner :

Seul le bois de chêne fini avec le vernis 640UV a subi un vieillissement sur la roue Gardner. Le test n'a duré que 3 semaines car les résultats n'ont pas été très bons.

Les résultats sont reportés dans le graphique et les photographies de la Figure 81.

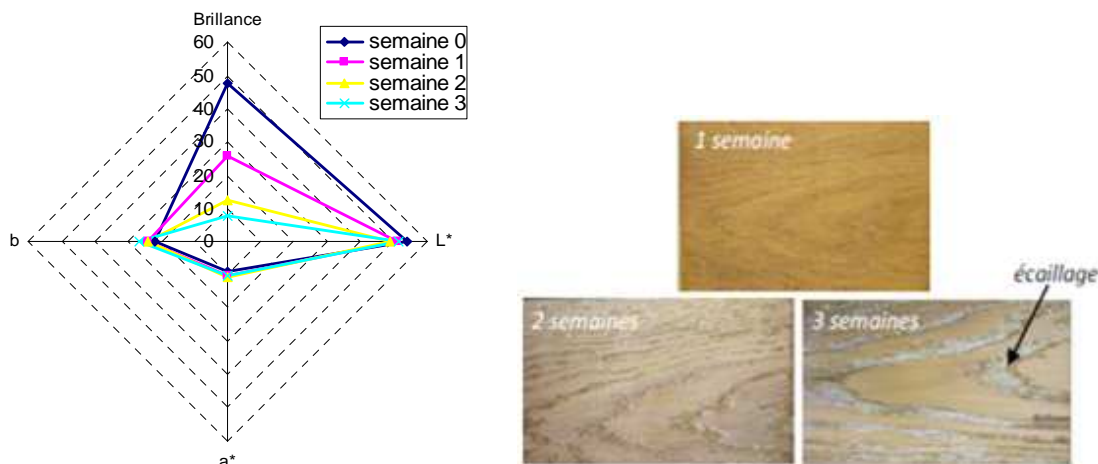


Figure 81: Evolution de brillance-couleur du vernis 640UV sur chêne - vieillissement Gardner

Nous pouvons noter une forte baisse de la brillance au cours de la 1ère et 2ème semaine de vieillissement avec l'apparition d'un écaillage du vernis. Aussi, nous avons observé une baisse progressive de la luminance (la clarté diminue), une augmentation de la composante a* et un peu de b*, ce qui engendre à la fois un rougissement et un jaunissement de la finition.

• Vieillissement dans l'enceinte QUV :

Les bois de chêne et de hêtre finis avec le vernis 640UV ont été vieillis dans l'enceinte QUV. Le test n'a duré que 3 semaines car, là aussi, les résultats n'ont pas été très bons. Ils sont reportés sur les Figure 82 et Figure 83.

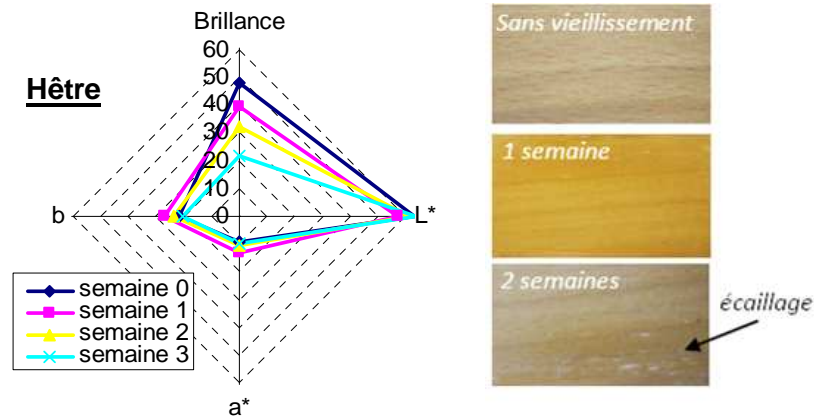


Figure 82: Evolution brillance-couleur du vernis 640UV sur hêtre - vieillissement QUV

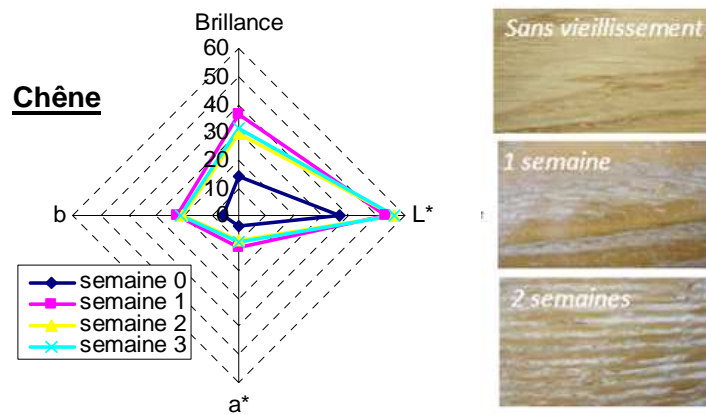


Figure 83: Evolution brillance-couleur du vernis 640UV sur chêne - vieillissement QUV

Tout d'abord, nous pouvons noter que le substrat influence fortement la brillance et la couleur globale initiale. En effet, sans vieillissement, la brillance du même vernis est proche de 50 sur le hêtre alors qu'elle n'est que de 18 sur le chêne. Aussi, à l'état initial, la couleur du système substrat-finition est plus foncée sur le chêne ($L^* = 40\%$) que sur le hêtre ($L^* = 60\%$).

La brillance diminue de manière constante pour le hêtre, alors que durant la 1ère semaine de vieillissement, elle a commencé à augmenter pour le chêne, avant de diminuer au cours de la 2ème semaine de vieillissement. Ce phénomène est également perçu avec le paramètre L^* qui diminue progressivement pour le hêtre, mais qui a tendance à d'abord augmenter pour le chêne. A travers cette étude, nous montrons une caractéristique du bois de chêne qui réagit quasiment toujours de cette façon lorsqu'il subit un vieillissement ^[180].

Par ailleurs, les paramètres de colorimétrie a^* et b^* ont tendance à augmenter au cours du vieillissement, ce qui révèle un jaunissement et un léger rougissement général du système bois-verniss. Il est évident que le bois subit également un vieillissement en surface. De l'eau s'infiltré au travers du vernis pour imprégner le bois, ce qui le jaunit un peu. Puis cette coloration s'accroît de plus en plus lorsque le vernis a complètement fissuré ou rompu.

III.3.2 Résultats pour les poudres opaques 700LB et 640UV

Pour ces deux finitions, nous avons procédé à un vieillissement en enceinte QUV seulement. Les résultats sont reportés sur les Figure 84 et Figure 85.

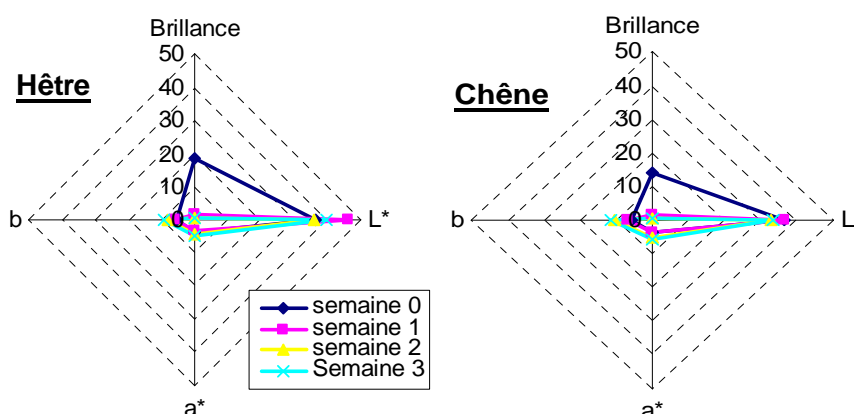


Figure 84: Evolution de brillance et de couleur des peintures opaques 700LB brune sur bois de hêtre et de chêne - vieillissement QUV

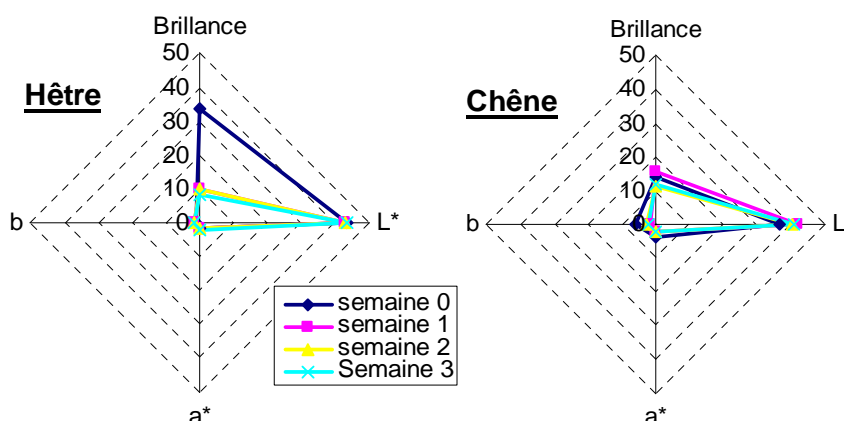


Figure 85: Evolution de brillance et de couleur des peintures opaques 640UV grise sur bois de hêtre et de chêne - vieillissement QUV

Pour ces peintures opaques, il semblerait que ce soit surtout la brillance qui évolue le plus au cours du vieillissement et surtout lors de la première semaine de vieillissement. Là encore, nous observons un impact de la nature du substrat sur la brillance initiale. En effet, la brillance est toujours plus élevée sur le bois de hêtre que sur le chêne, et ce, quelle que soit la peinture utilisée. Nous pouvons également noter une influence de la nature de la résine. La brillance est plus élevée avec la poudre grise 640UV lisse mate qu'avec la poudre brune 700LB grainée sur le hêtre. Une résine à base d'uréthane acrylate-polyesters donne certainement un aspect plus lisse et donc plus brillant au feuil qu'une résine époxy-polyester.

La couleur n'est pas beaucoup modifiée avec le vieillissement qui n'a duré que 3 semaines étant donné l'état des finitions. On note cependant une augmentation de L^* des finitions au cours de la 1ère semaine de vieillissement (sauf pour la finition 640UV sur le hêtre), puis une diminution lorsque le vieillissement se prolonge.

Concernant l'aspect de surface des finitions, nous avons pu observer très tôt des fissurations, puis des écaillages qui font que la peinture ne peut plus remplir son rôle de protection du bois, qui a changé de dimensions au cours des cycles de condensation, de pulvérisation d'eau et de séchage sous rayonnement UV. Il semblerait encore une fois que le problème de souplesse des résines employées pour la formulation de ces poudres soit à l'origine d'une si faible durabilité des peintures en conditions extérieures.

III.4. Vieillessement artificiel dans l'enceinte QUV de vernis poudres sur MDF plaqué bois massif

Les résultats en termes de variations de couleur et de brillance sont présentés sur les Figure 86 pour le MDF plaqué hêtre et Figure 87 pour le MDF plaqué chêne (avec des zooms pour plus de lisibilité).

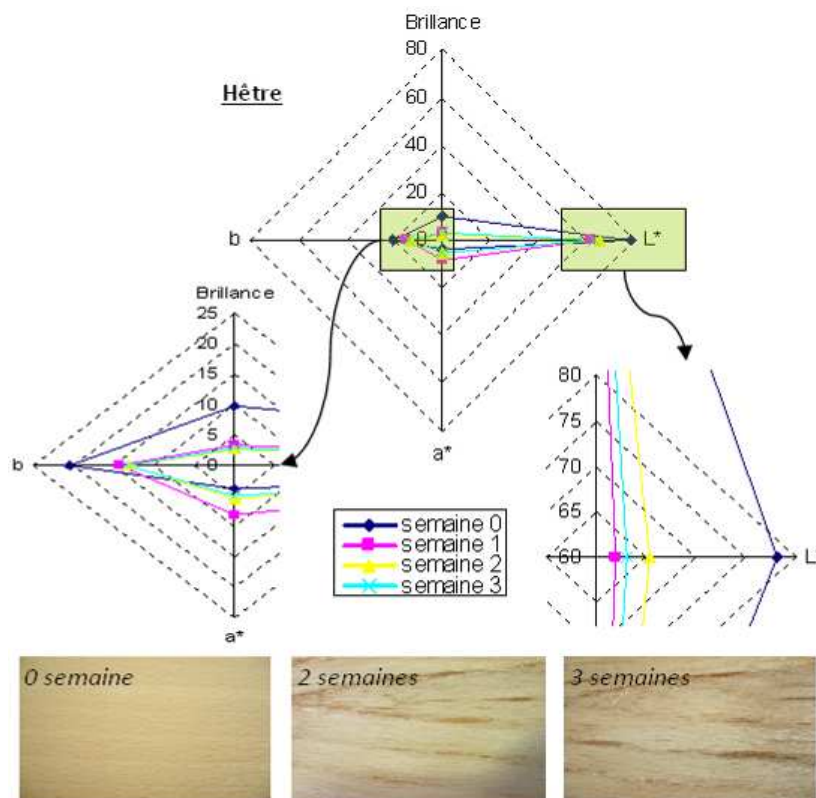


Figure 86: Evolution de la brillance et de couleur du vernis 340UV sur MDF plaqué hêtre – QUV

Les Figure 86 et Figure 87 indiquent que le comportement sur le placage hêtre ou le placage chêne est différent. Si nous considérons la brillance, nous pouvons voir que pour le hêtre, la valeur diminue assez fortement durant la première semaine d'exposition (environ de 10 à 3), puis se stabilise pour le reste du temps de vieillissement (autour de 2) alors que pour le placage de chêne, la brillance diminue moins fortement par rapport à l'état initial et est plus élevée que pour le placage de hêtre (entre 17 et 13 environ). Il y a également une variabilité

selon l'essence avec la luminance L^* . Elle chute fortement durant la 1ère semaine pour le hêtre (de 78% à 62%), puis se stabilise ensuite (autour de 64%) alors qu'elle reste constante pour le chêne (environ 62%) dès le début. Nous pensons que pour le MDF plaqué hêtre, de l'eau est néanmoins parvenue à pénétrer dans le substrat malgré le colmatage, ce qui a engendré un fonçage du hêtre, le rendant ainsi plus terne. Ceci ne s'est vraisemblablement pas passé dans le cas du chêne qui supporte mieux la prise d'humidité. Les images illustrent bien le fait que la prise d'eau semble moins importante pour le chêne. En effet, nous voyons apparaître de grosses taches brunes sous le vernis appliqué sur le MDF plaqué hêtre. Ces taches brunes sont beaucoup plus petites pour le chêne (qui peuvent également être supposées appartenir à des remontées d'extraits).

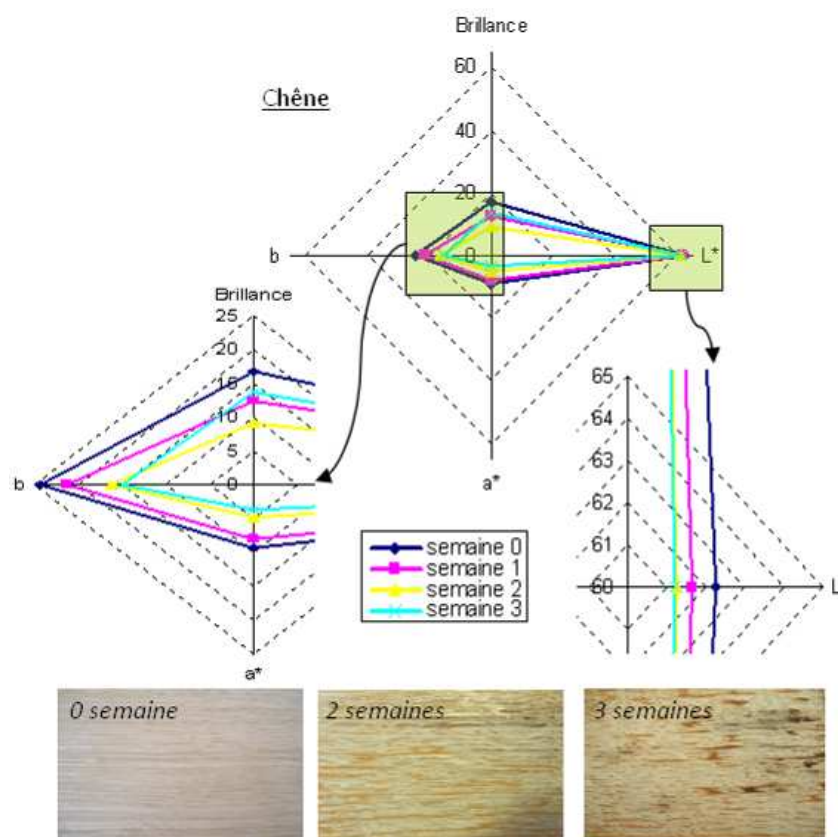


Figure 87: Evolution de la brillance et de couleur du vernis 340UV sur MDF plaqué chêne - QUV

Cependant ces résultats sont assez en défaveur d'une bonne durabilité du vernis sur ce type de matériaux car de l'eau pénètre. Peut-être faudrait-il prévoir une épaisseur de vernis plus importante pour une application en extérieur. Mais cela serait en contradiction avec l'apport d'une souplesse du film. En effet, il semblerait que le craquellement du vernis soit trop précoce quelle que soit l'essence plaquée sur le MDF. Même si le bois massif est plus stable dimensionnellement que le MDF, le placage bouge suivant les cycles de vieillissement et c'est rédhibitoire pour le vernis, même s'il semble que le vernis 340UV soit plus souple que le

verniss 640UV étudié précédemment. La finition 340UV à base d'une résine constituée essentiellement d'un réseau polyester devient moins rigide qu'une résine uréthane acrylate-polyester.

IV. CONCLUSION

Dans l'optique du développement de formulations spécifiques, des essais de vieillissement artificiel sur roue Gardner et enceinte QUV de substrats revêtus ont été réalisés pour évaluer le comportement en extérieur des finitions en poudre actuelles. Cela nous a permis d'avoir une idée des modifications mécaniques, chimiques et esthétiques des feuil en extérieur et ainsi de déterminer les améliorations à apporter à ce type de finition pour une application en extérieur.

Ces essais de vieillissement, bien que n'étant pas complets, ont montré que les résines époxy-polyester ont une certaine flexibilité car elles ont mieux suivi le gonflement du substrat qu'une finition uréthane-acrylate/polyester qui fissure rapidement. En revanche, un vernis à base de polyester insaturé a bien résisté sur du multipli de bouleau spécial extérieur au niveau mécanique, mais un changement de couleur a été observé.

A travers cette étude, nous avons pu soulever l'extrême importance de la température de transition vitreuse des feuil (plus que celle des poudres) sur leur durabilité dans le temps. En effet, ce paramètre des formulations semble vraiment être le point central pour l'application de telles finitions sur des matériaux à variation dimensionnelle comme le bois ou ses dérivés (même avec des traitements qui améliorent leur stabilité dimensionnelle). Non seulement, ce paramètre permet de contrôler les performances des finitions, mais il constitue un moyen de comparer vieillissement artificiel et vieillissement naturel et de valider des cycles de vieillissement artificiel. Par ailleurs, Laurence Podgorski a pu montrer à travers une étude que la valeur de la température de transition vitreuse du feuil avant vieillissement est un bon indicateur de performance ^[181].

Même si dans notre étude, nous avons mesuré essentiellement la Tg des poudres non encore appliquées sur les subjectiles, nous avons pu voir qu'elles étaient relativement élevées avant même d'être polymérisées. Ainsi, nous pensons que les fabricants de poudre doivent absolument trouver un moyen d'abaisser la température de transition vitreuse des finitions poudres, surtout photopolymérisables, vouées au revêtement du bois pour extérieur, pour améliorer leur souplesse, sans pour autant que le taux de réticulation en soit amoindri (car cela

risquerait d'amoinrir les caractéristiques de finitions et créer un réseau discontinu perméable à l'eau).

Pour le moment, les produits disponibles sur le marché et que nous avons mis en œuvre ne permettent pas d'obtenir une résistance aux conditions climatiques extérieures satisfaisante par rapport à la majorité des finitions liquides classiques dont les températures de transition vitreuse sont généralement plus faibles et donc mieux adaptées à une utilisation du matériau en extérieur.

Les résultats ont également prouvé l'importance du support sous-jacent à la finition poudre dans sa résistance aux contraintes climatiques extérieures. Il s'avère que tous les substrats subissent eux-mêmes des variations dimensionnelles différentes et donc imposent des contraintes différentes au réseau polymère qui constitue la finition.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [153] Celzard, A. La dégradation des polymères, Cours ENSTIB 3ème année POL 5 (2008)
- [154] Sylla M. Rôle des molécules phénoliques dans la photopolymérisation, application à des résines de finition pour le bois. Thèse en Sciences et Technologies Industrielles, UHP-Nancy I (2001)
- [155] Aloui F. Rôle des absorbeurs UV inorganiques sur la photostabilisation des systèmes bois-finition transparente, thèse de doctorat UHP-Nancy I (2006)
- [156] Grossmann P. Connaissez votre ennemi: le temps et comment le reproduire en laboratoire. Galvano-organo-traitements de surface 607 (1990) 29
- [157] Triboulot M-C. Photostabilisation de la couleur du matériau bois. Thèse de 3ème cycle en Sciences du Bois et des Fibres, UHP-Nancy I (1993)
- [158] George B., Suttie E., Merlin A., Deglise, X. Photodegradation and photostabilisation of wood-the art. *Polymer Degradation and Stability* 88 (2005) 268
- [159] C. Schaller C., Rogez D. et Braig A., Hydroxyphenyl-s-triazines: advanced multipurpose UV-absorbers for coatings. *Journal of Coating Technology. Research* 5 (1) (2008) 25–31
- [160] Podgorski L. Caractérisation d'un système bois-finition : étude du support bois, de la résine et du vieillissement du système complet. Thèse de 3^{ème} cycle en Sciences du Bois et des Fibres, UHP-Nancy I (1993)
- [161] Jaques L.F.E. Accelerated and outdoor/natural exposure testing of coatings. *Progress in Polymer Science* 25 (2000) 1337
- [162] Roux M-L., Anquetil F. Finition des ouvrages en bois dans le bâtiment, CTBA (1994) 128 pages
- [163] Bauer D. R. Interpreting weathering acceleration factors for automotive coating using exposure models. *Polymer degradation, and stability* 69 (2000) 307
- [164] Arnold M., Sell J., Feist W.C. Wood weathering in fluorescent ultraviolet and xenon arc chambers. *Forest Products* 41 (1991) 40
- [165] Boxhammer J. Shorter test times for thermal and radiation included ageing of polymer materials. 1- Acceleration by increased irradiance and temperature in artificial weathering tests. *Polymer testing* 20 (2001) 719
- [166] Yang X. F., Vang C., Weathering degradation of a polyurethane coating. *Polymer degradation and stability* 74 (2001) 189
- [167] NF EN 927-6 (octobre 2006) : Peintures et vernis - Produits de peinture et systèmes de peintures pour le bois en extérieur – Partie6 : Essai de vieillissement artificiel des revêtements pour bois par exposition à des lampes UV fluorescentes et à de l'eau
- [168] ISO 554 (août 1976): Atmosphères normales de conditionnement et/ou d'essai. Spécifications
- [169] NF EN ISO 2409 (Août 2007): Peintures et vernis - Essai de quadrillage
- [170] NF EN ISO 4628-1 (mai 2004) : Peintures et vernis - Évaluation de la dégradation des revêtements - Désignation de la quantité et de la dimension des défauts, et de l'intensité des changements uniformes d'aspect - Partie 1: introduction générale et système de désignation
- [171] NF EN ISO 4628-2 (mai 2004) : Peintures et vernis - Evaluation de la dégradation des revêtements - Désignation de la quantité et de la dimension des défauts, et de l'intensité des changements uniformes d'aspect - Partie 2 : Evaluation du degré de cloquage
- [172] NF EN ISO 4628-4 (mai 2004) : Peintures et vernis - Evaluation de la dégradation des revêtements - Désignation de la quantité et de la dimension des défauts, et de l'intensité des changements uniformes d'aspect - Partie 4 : Evaluation du degré de craquelage
- [173] NF EN ISO 4628-5 (mai 2004) : Peintures et vernis - Evaluation de la dégradation des revêtements - Désignation de la quantité et de la dimension des défauts, et de l'intensité des changements uniformes d'aspect - Partie 5 : Evaluation du degré d'écaillage

CHAPITRE 3 : VIEILLISSEMENT EXTERIEUR DE SYSTEMES FINITION POUUDRE-SUBSTRAT

- [174] NF EN ISO 4628-6 (novembre 2007) : Peintures et vernis - Evaluation de la dégradation des revêtements - Désignation de la quantité et de la dimension des défauts, et de l'intensité des changements uniformes d'aspect - Partie 6 : Evaluation du degré de farinage par la méthode du ruban adhésif
- [175] NF ISO 7724-2 (mars 1988) : Peintures et vernis - Colorimétrie - Partie 2 : mesurage de la couleur
- [176] NF EN ISO 2813 (septembre 1999) : Peintures et vernis - Détermination de la réflexion spéculaire de feuillets de peinture non métallisée à 20 degrés, 60 degrés et 85 degrés
- [177] NF EN 13722 (janvier 2005) : Meuble - Evaluation de la brillance des surfaces
- [178] Pizzi A., Probst F., Deglise X. Molecular mechanics modelling of interfacial energy and flexibility, *Journal of Adhesion Sciences and Technology* 11(4) (1997) 573-590
- [179] Garcia R., Merlin A., Deglise X. Amélioration de la durabilité d'un système bois-finition transparente par formation d'un composite de surface photopolymérisable. Actes du congrès Eurocoat 97, Lyon 23-25/09/1997- Tome 1, 135-15
- [180] Mazet J.F. Couleur et qualité des placages de Chêne et étude de leur comportement photochimique. Thèse de Doctorat en Sciences du Bois, Université de Nancy I, Station de Recherches sur la Qualité des Bois, INRA-CRF, Nancy - Champenoux, 20 Décembre 1988, 136pp.
- [181] L. Podgorski. Performances des finitions pour le bois en utilisation extérieure, FCBA. IXème Colloque du Club Polyray Epinal 5-6 avril 2011

FONCTIONNALISATION DES FINITIONS

INTRODUCTION AUX CHAPITRES 4 ET 5

« Les revêtements de surface de demain devront répondre aux nouvelles exigences des consommateurs ^[182]. Suivant les applications, il devient nécessaire de réaliser des finitions dont les propriétés peuvent avoir des caractéristiques variées et ainsi s'orienter vers des finitions dites intelligentes, qui, tout en assurant leur rôle de protection de surface, auront la capacité de défendre activement et durablement le bien-être, la santé, le confort, etc. ».

Cet apport de fonctions peut être réalisé selon deux méthodes différentes :

- 1) Ajout d'additifs dans la formulation à l'état de poudre, sous forme nanodispersée, avant la réticulation de la finition,
- 2) Traitement du feuil sec après sa polymérisation pour permettre par exemple un dépôt ou greffage de microcapsules contenant les principes actifs ou des entités adsorbantes.

Dans la première méthode, il s'agit d'inclure, lors de la formulation, une quantité plus ou moins importante d'additifs, afin que la fonction ajoutée se mélange de manière uniforme avec les autres composés de la poudre. Il faut donc se préoccuper de la compatibilité des différents composants. Les additifs rajoutés dans ces polymères peuvent être caractérisés par des paramètres de solubilité Hansen (HSP), comme les polymères. Ceux-ci ont d'habitude les symboles δD (liaison (atomique) apolaire), δP (liaison dipôle (moléculaire) permanent) et δH (liaison (moléculaire) hydrogène), qui est parfois remplacé par D, P et H, pour plus de commodité. L'attribution des paramètres HSP aux additifs et au polymère auquel ils sont ajoutés et leur comparaison permet de faire des prédictions quant au comportement du mélange en termes de performance et de stabilité. En effet, une bonne compatibilité est trouvée quand ces paramètres pour le polymère et l'additif sont assez proches les uns des autres ^[183].

Il faut également vérifier que cette matière soit résistante à la chaleur puisqu'elle subira, comme la poudre, une cuisson à des températures excédant les 100°C.

La Figure 88 indique quelles sont les démarches à suivre concernant la fonctionnalisation des finitions. Elle permet également de montrer quels sont les points importants de l'étude et les problèmes que peuvent soulever certaines procédures.

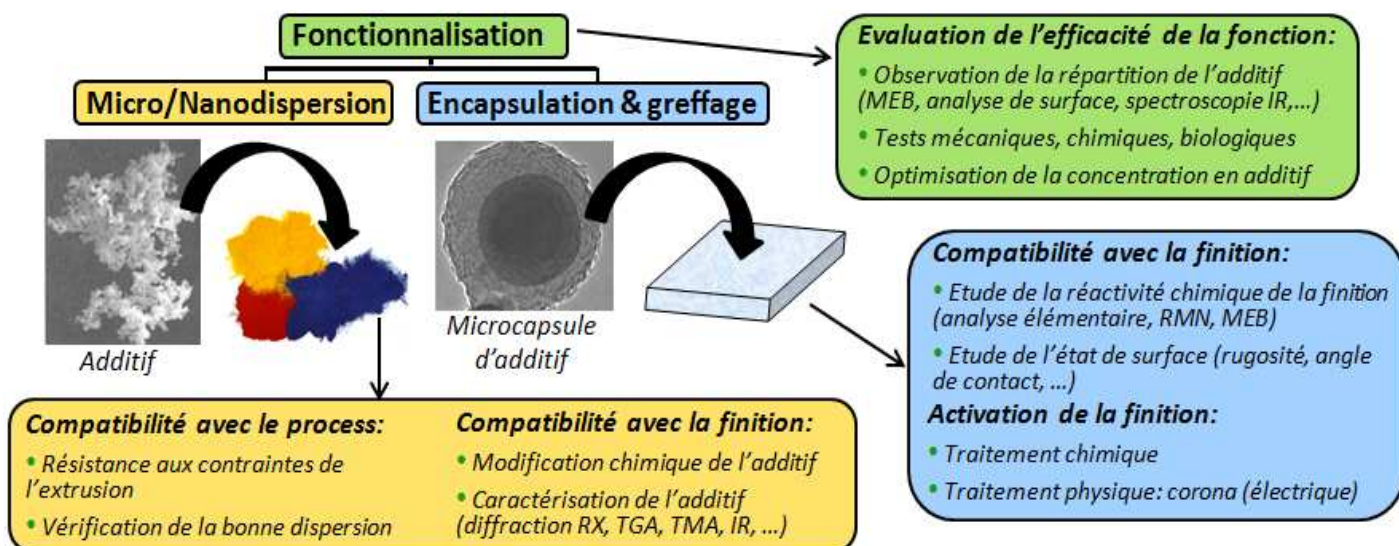


Figure 88: La fonctionnalisation des finitions poudres - rapport avec l'application industrielle

Concernant la méthode par addition sous forme nanodispersée dans la poudre, des travaux ont été réalisés avec des additifs de type pigments notamment dans le domaine des peintures métallisées pour métaux. Plusieurs techniques sont utilisées pour intégrer ces additifs [183]: le post-mélangeage (post-blending), le malaxage abrasif à sec, le mélange à froid et le polissage à la brosse ou encore l'ajout de solvant en faible quantité. Dans ces différents cas, l'action mécanique intense qui est effectuée fragmente les pigments jusqu'à des tailles le plus souvent inférieures à 2 μm .

Par ailleurs, une version améliorée du mélange à sec (dry-blending) existe actuellement. Elle consiste en l'ajout d'additifs en fin de fabrication de la poudre. Ce mélange est effectué dans des mélangeurs, malaxeurs ou agitateurs, mais sans réduire la taille des pigments, contrairement aux premiers procédés. Un mélange intime est alors obtenu, mais sans qu'il y ait de fortes interactions entre les particules d'additifs et celles de la résine. Cela peut être un réel problème si ces deux types de particules se différencient par leur énergie de surface et leur taille, comme par exemple si l'additif en question est un pigment métallique [184]. Cette caractéristique peut par conséquent engendrer des phénomènes de séparation se manifestant dès le stockage et lors de l'application du fait de leur différence de densité, de forme (sphères, paillettes) ou de conductivité qui implique une mauvaise prise de charge lors du poudrage des pièces.

Un autre procédé basé sur l'adhésion des pigments à la surface des grains de poudre est de plus en plus répandu pour améliorer l'homogénéité et la stabilité de ces poudres. Il s'agit de la technique du bonding [184]. Cet effet est obtenu grâce à un procédé de réchauffage thermique de la poudre au cours duquel des interactions entre la résine et les additifs ou pigments

s'établissent de manière stable. Le chauffage de la poudre se fait au-delà de la température de transition vitreuse de la résine de façon à ce qu'il provoque l'accrochage de la poudre en surface du pigment et son encapsulation partielle.

La méthode par traitement de surface et greffage (ou dépôt) de microcapsules ou d'entités adsorbantes a également été à l'étude. Les premiers travaux effectués dans ce domaine ont été exploités tout d'abord en microbiologie pour des applications pharmaceutiques (enrobage de médicaments), puis dans le milieu du textile. Dans ce domaine, l'ajout de « fonctions » par greffage de microcapsules pouvant accueillir dans leur cavité une ou plusieurs substances actives sur des fibres est de plus en plus courant ^{[185],[186]}. En revanche, à notre connaissance, l'apport de propriétés additionnelles à un revêtement de surface pour le bois par cette technique n'a jamais été abordé. Aussi, il semble intéressant de s'inspirer de ces techniques pour notre matériau.

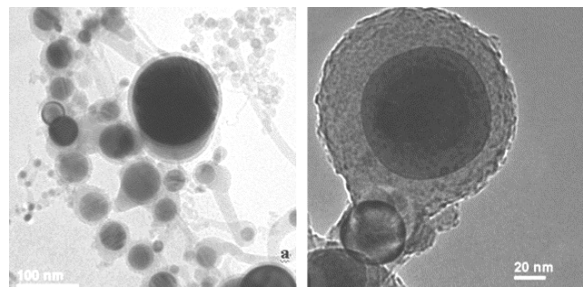


Figure 89: Images MET d'une particule de fer encapsulée par de la silice (SiO₂)^[187]

Dans le cadre de notre étude, nous nous sommes intéressés plus particulièrement à la microdispersion d'argiles comme support d'agent antibactérien dans les revêtements poudres, mais également à la dispersion dans la résine ou au « greffage » d'entités « cages » de type zéolite et cyclodextrine pour envisager une fonction d'assainissement de l'air. Pour assurer le « greffage », nous avons opté pour une activation de surface par traitement corona, qui sera détaillé ultérieurement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [182] http://www.quad-lab.fr/site/quad_particulier/pollution.htm
- [183] Benhadi S. Fonctionnalisation de surfaces cellulosiques par traitement Corona. Mémoire de stage Master recherche Sciences du Bois et des Fibres, UHP Nancy I (2006)
- [184] Lebeau B. Généralités sur les matériaux poreux, intérêt, mise en œuvre et applications. Laboratoire de Matériaux à Porosité Contrôlée (LMPC) UMRCNRS 7016, UHA-ENSCMu Mulhouse, Pdf, 32 pages (non daté)
http://www.mulhouse.cci.fr/fileadmin/redacteurs/INNOVATION/2_G_n_ralits_-_B.LEBEAU.pdf
- [185] Winé G. Synthèse de zéolithe BETA sur du β -SiC et dans des nanotubes de carbone. Application à la réaction d'acylation de Friedel-Crafts. Thèse, Université Louis Pasteur Strasbourg (7 mai 2004) 158 pages
- [186] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Z%C3%A9olithe>
- [187] <http://www.bza.org/zeolites.html>

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIETE ANTIBACTERIENNE AUX FINITIONS POUDRES

I. INTRODUCTION	176
II. MATERIELS ET METHODES	178
II.1 Diffraction par Rayons X (DRX).....	178
II.2 Fluorescence X.....	178
II.3 Microscopie Electronique à Balayage /Analyse de l'Energie Dispersive des rayons X.....	178
II.4 Microscopie électronique à transmission	179
II.5 Spectroscopie Infrarouge avec Transformée de Fourier en Temps Réel.....	179
II.6 Analyse thermomécanique dynamique	179
II.7 Tests biologiques	180
II.8 Préparation des argiles et mise en œuvre dans les films	180
II.8.1 Méthode de substitution de l'argile.....	181
II.8.2 Préparation du mélange polymère-argile.....	182
III. RESULTATS ET DISCUSSION.....	183
III.1 Caractérisation des argiles initiales et substituées.....	183
III.2 Caractérisation des films photopolymérisés.....	186
III.2.1 Répartition des argiles.....	186
III.2.2 Cinétique de photopolymérisation des films suivie par RT-FTIR.....	187
III.2.3 Analyse des propriétés viscoélastiques des films	188
III.3 Efficacité biostatique et biocide des feuillets.....	189
IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	190
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	192

I. INTRODUCTION

Les polymères n'ont pas de résistance vis-à-vis de la prolifération des microorganismes. De nombreux éléments inorganiques sont capables d'apporter une fonction bactéricide en détournant le métabolisme des microorganismes (Figure 90). C'est par exemple le cas des ions argent qui sont connus pour avoir une certaine activité biostatique à biocide selon la concentration à laquelle ils sont utilisés.

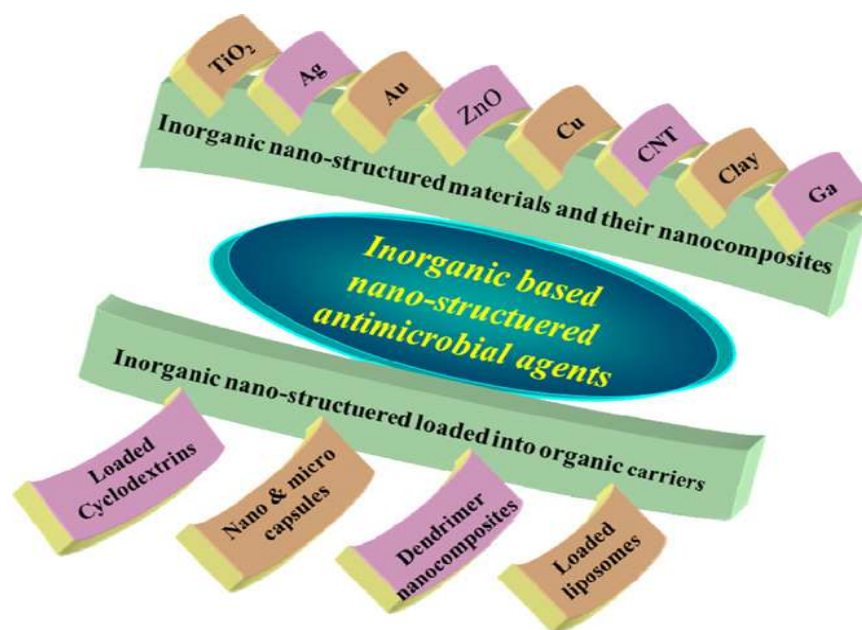


Figure 90: Classification des agents antimicrobiens inorganiques nanostructurés ^[188]

L'efficacité bactéricide de l'Ag a été prouvée sur une large gamme de microorganismes ^{[189], [190]}, même à basse concentration ^[191]. De nombreux chercheurs ont déjà élaboré des matériaux composites avec des particules d'Ag et prouvé leur efficacité (textiles, laine, soie, fibres plastiques) ^{[192], [193], [194], [195]}.

Les recherches concernent souvent l'utilisation de nanoparticules. Mais cela est complexe en raison des problèmes de dispersion et de fixation dans le polymère. L'utilisation de feuillets d'argile comme support à Ag semble être une solution viable pour une application dans une matrice organique car ils permettent de disperser les cations Ag^+ bactéricides sans que ceux-ci soient regroupés en paquets dans la matrice. De plus, les feuillets peuvent être légèrement écartés ou exfoliés pour que le polymère s'insère et crée des liaisons avec l'argile.

Lors de la réalisation de matériaux organiques/inorganiques, une difficulté réside dans la compatibilité entre les argiles et les polymères. Pour remédier à ce problème, les argiles utilisées doivent être rendues organophiles par un traitement préalable, par exemple un échange des cations alcalins par des tensioactifs cationiques tels que des sels d'alkylammonium ^[196].

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIÉTÉ ANTIBACTÉRIENNE AUX FINITIONS POUDRES

Les groupements alkylammonium permettent à la fois de compatibiliser les argiles et d'apporter une fonction bactériostatique au film. Les argiles ainsi modifiées peuvent être intégrées dans des finitions polymères. Cependant, la longueur de la chaîne carbonée, la quantité de matière organique intercalée et la fonctionnalité du sel d'alkylammonium jouent un rôle critique dans la morphologie finale du nanocomposite ^{[197], [198]}.

Il a été montré que les argiles ont une certaine efficacité antibactérienne ^[199]. Cependant, le mécanisme d'interaction chimique entre l'argile et les bactéries n'est pas clairement connu et toujours soumis à étude ^[200]. L'effet d'assainissement de l'argile française est confirmé dans de nombreuses études et Williams et ses collaborateurs ont observé notamment une complète stérilisation vis-à-vis d'*Escherichia coli* par l'argile *Agricure* ^{[201], [202]}.

De plus, l'argile pourrait apporter des propriétés mécaniques au feuillet (flexibilité supplémentaire, renfort mécanique), ainsi qu'une meilleure résistance au feu. En effet, la tendance actuelle en rapport avec ce dernier point est de remplacer les retardateurs de flamme dans les polymères par des nanoargiles synthétiques (qui enferment des molécules d'eau). Parmi elles, on peut citer les sépiolites (argile en aiguille) ou les montmorillonites (Figure 91).

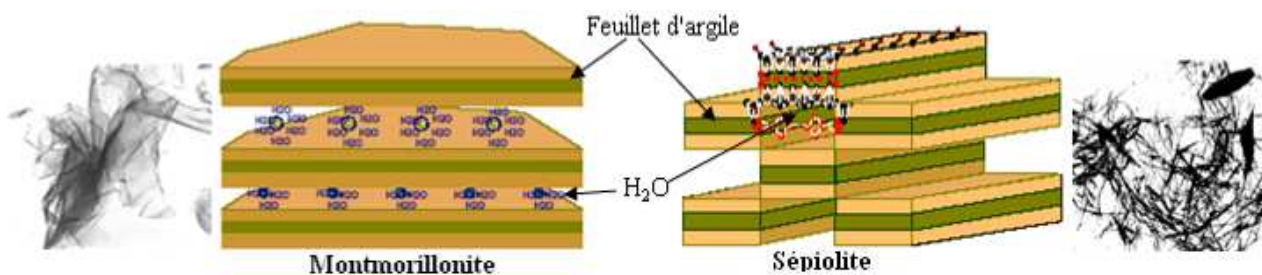


Figure 91: Nanosilicates lamellaires (nanoargiles) impliqués dans l'intumescence d'un revêtement ^[203]

La décomposition des nanoargiles implique des réactions endothermiques favorables à des réactions à faible énergie d'activation telles que des réactions de transfert de radicaux ou de recombinaisons. Ces particules, lors de la combustion d'un polymère, permettent de céramiser la surface soumise au feu et d'ainsi stopper sa propagation par intumescence (Figure 92).

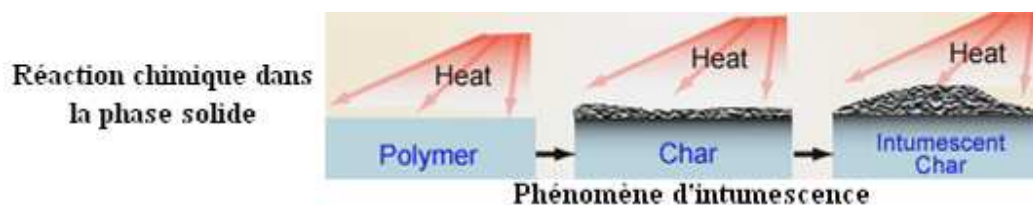


Figure 92: Schéma du principe d'intumescence ^[204]

II. MATÉRIELS ET MÉTHODES

Différentes technologies ont été mises en œuvre dans les locaux du LPIM et de plusieurs laboratoires rattachés à l'ENSCMu pour caractériser les argiles brutes et modifiées, ainsi que les films polymères.

II.1 Diffraction par Rayons X (DRX)

Cette technique a été utilisée pour évaluer la cristallinité des argiles, et notamment l'écartement des feuillets avant et après échange cationique. Les échantillons sont broyés puis pressés sous forme de pastilles (diamètre de 10 mm et épaisseur de 2 mm) pour être analysés très rapidement par le diffractomètre *X-Pert Pro (PANalytical)* pour éviter tout phénomène d'hydrolyse et de gonflement des argiles. Le diffractomètre utilise la radiation CuK_α (1,5418 Å) et l'utilisation d'un monochromateur arrière à fentes variables conduit à des diffractogrammes présentant des intensités exaltées pour les pics de diffraction aux grands angles et plus faibles pour les premiers pics. La distance interfoliaire (d_{001}) est calculée au moyen de l'équation de Bragg, $n\lambda = 2d \sin\theta$, λ étant la longueur d'onde des rayons X et θ l'angle d'incidence.

II.2 Fluorescence X

Nous avons utilisé le matériel de fluorescence *X MagiX (PANalytical)*. Des pastilles ont été préparées en pressant 200 mg d'échantillon sous environ 8 tonnes. Pour ceci, nous n'avons pas ajouté d'acide borique (les échantillons sont autoportés). L'absorption atomique des échantillons nous permet d'obtenir un spectre X global, que nous pouvons détailler en concentrations massiques pour chaque élément.

II.3 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)/Analyse de l'Energie Dispersive des rayons X (EDAX)

L'observation des échantillons a également été effectuée au MEB avec le microscope *XL30-FEG (Philips)* couplée à de l'analyse dispersive en énergie de rayons X (EDAX) avec le matériel *INCA-ISIS Energy Si(Li) (Oxford)*.

Quelques mg de poudre sont dispersés sur un substrat en carbone, puis métallisés par un dépôt d'une fine couche d'or (environ 10 nm) sous atmosphère inerte afin de rendre la surface conductrice. Des clichés sont pris pour déterminer la structure et l'homogénéité des grains d'argile ou la dispersion de l'argent en leur sein. L'EDAX permet d'analyser la répartition des éléments Si, Al, O, Na et Ag qui peuvent, par exemple, entrer dans la composition des pigments des finitions.

II.4 Microscopie électronique à transmission (MET)

Nous avons utilisé un microscope électronique à transmission *CM 200 Edax DX4 (Philips)* équipé d'un filament LaB6. Cette analyse est réalisée sous vide et la résolution atteinte est de 3 Å. Quelques mg de poudre sont dispersés aux ultra sons dans du chloroforme puis déposés sur une grille en cuivre (45 mm de côté) qui permet de fixer l'échantillon et sert de base à l'échelle de mesure.

II.5 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier en Temps Réel (RT-FTIR)

L'analyse en RT-FTIR a été réalisée sur des films de finition tout juste évaporés de leur solvant et chauffés, appliqués sur une gaufrette de silicium sous une irradiation UV à température contrôlée sous lampe Hg-Xe Hamamatsu (66 mW/cm²) avec une épaisseur finale de 60 µm. Le matériel utilisé est un Vertex 70 (Bruker) équipé d'une cellule environnementale (Linkam).

Cette analyse est basée sur les mêmes principes que la FTIR et permet de déterminer la réactivité des films puisque les conditions de la polymérisation sont reproduites. L'appareil mesure alors le taux de conversion en temps réel et nous pouvons alors voir l'impact de l'adjonction d'argiles dans le réseau polymère sur sa réactivité.

II.6 Analyse thermomécanique dynamique (TMA/DMA)

Cette analyse permet de connaître l'élasticité du film de finition et en particulier d'accéder à la valeur de son module d'Young E. Une contrainte sinusoïdale en traction est appliquée sur les échantillons alors qu'ils sont soumis à température. La déformation correspondante diminue au cours du temps (augmentation de la température) et est proportionnelle à la contrainte pour un matériau considéré élastique (loi de Hooke : $\sigma = E \times \varepsilon$ avec σ : contrainte et ε : déformation) ^[205]. Aussi, plus E est élevé, plus le film est rigide. On peut alors, par exemple, voir l'impact d'un chargement en argile sur la souplesse du film.

Par ailleurs, le facteur d'amortissement Tan delta (module de perte de l'énergie E''/module de stockage de l'énergie E') est calculé. Tracé en fonction de la température, la largeur de son pic à mi hauteur donne des indications sur le degré d'homogénéité de l'échantillon.

Pour cette analyse, les films sont préparés sous forme de lamelles de 0,7 × 3 cm de côté et 60 µm d'épaisseur (sur du polypropylène pour pouvoir les détacher facilement) après évaporation du solvant (20 minutes à 110°C), chauffage (10 passages à 5 m/min sous lampes IR) et polymérisation (1 passage à 10 m/min sous lampe micro onde à 3700 mW/cm²). Les

conditions opératoires de l'appareil *DMA Q800 (TA Instruments)* sont les suivantes : amplitude d'oscillation de 10 mm, fréquence de 1 Hz et rampe de température de 0 à 200°C.

II.7 Tests biologiques

Les tests d'évaluation de l'effet biostatique ou biocide des finitions poudre contenant des argiles ont été réalisés par Nosoca. Tech, Institut des Sciences Biologiques et Pharmaceutiques (ISBP, Lyon). Les tests sont effectués selon la méthode japonaise *JIS Z 2801 :2000* sur 3 réplicats de chaque échantillon et deux souches bactériennes sont testées : *Staphylococcus aureus* (bactérie à Gram positif, se présentant sous forme de coque sphérique d'un diamètre proche d'1 µm) et *Escherichia coli* (bactérie à Gram négatif, sous forme de bâtonnet d'une longueur de 2 à 4 µm environ) [206].

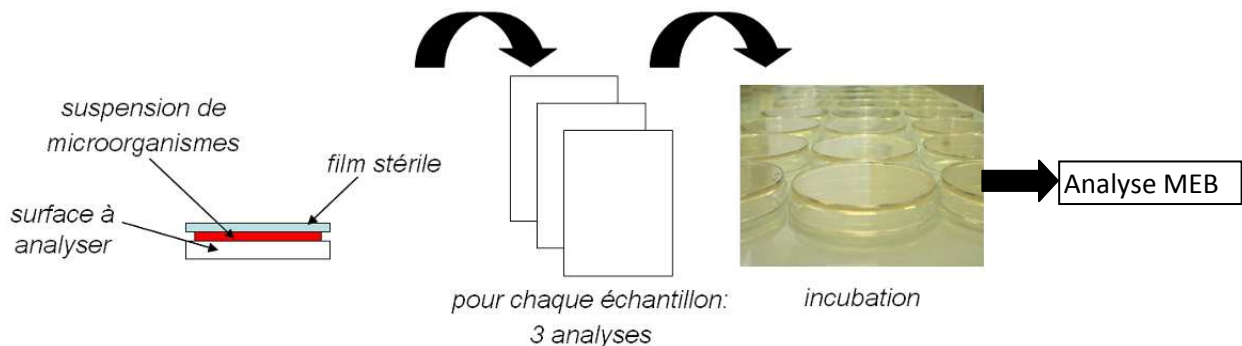


Figure 93: Principe des tests biologiques mis en œuvre

Il s'agit de faire incuber les deux souches bactériennes sur le film à tester pendant 24 h à une température de 35°C et à saturation d'humidité. Les unités de colonie formées suite à cette incubation sont ensuite dénombrées par observation au MEB (Figure 93).

Les données issues de *JIS Z 2801 :2000* sont usuellement des expressions d'une valeur antibactérienne calculée à partir de la différence entre les log₁₀ du nombre d'unités de colonies formées sur les surfaces traitées et le témoin (lame de verre) de la manière suivante :

Activité (log) = log (CFU_{t24})_{témoin} - log (CFU_{t24})_{échantillon}, avec CFU_{t24} : nombre d'unités de colonies au bout de 24h d'incubation.

On peut alors obtenir différents cas :

- activité nulle : les bactéries se multiplient ou action inhibitrice très faible (activité < 1log),
- activité bactériostatique : activité ≥ 1log
- activité bactéricide : 100% des bactéries sont tuées.

II.8 Préparation des argiles et mise en œuvre dans les films

Pour cette étude, nous n'avons pas cherché à compatibiliser les argiles et nous avons eu recours à une simple substitution nucléophile Na⁺-Ag⁺ des argiles. Puis nous avons formé des

films de polymères selon une voie liquide (ou « film casting ») pour ensuite déterminer l'impact des argiles modifiées ou non sur l'activité antibactérienne des feuillets.

II.8.1 Méthode de substitution de l'argile

L'argile de départ est une argile de synthèse, la Beidellite $\text{Na}_{0,8}$ (JMB JB-10) qui se présente sous forme d'une poudre blanche. Le protocole de synthèse est décrit par Vanessa Maurin [207] et a été réalisé en partenariat avec l'équipe de l'IS2M de Mulhouse dirigée par J. Brendlé. Sa formule brute est $\text{Na}_{0,8}(\text{Si}_{3,2}\text{Al}_{0,8})\text{Al}_2\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$ et sa masse molaire est de $379,6 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. L'objectif est d'échanger les ions de compensation présents au sein de l'espace interfoliaire Na^+ par des ions Ag^+ pour apporter la propriété antibactérienne (Figure 94).

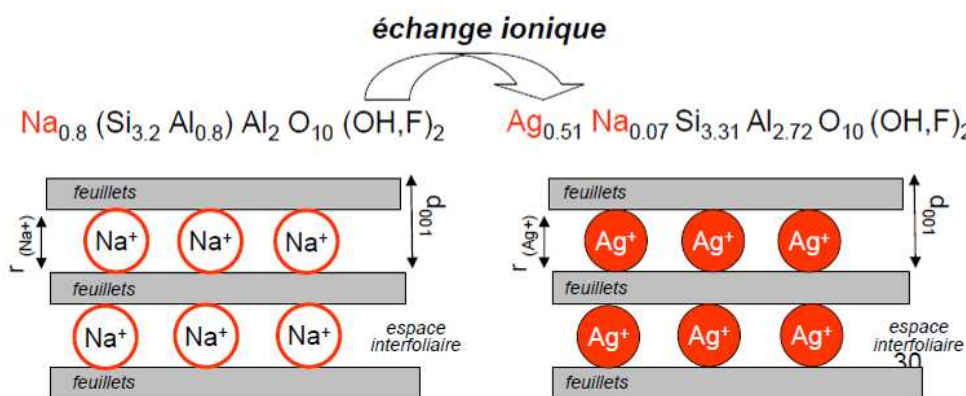


Figure 94: Principe de l'échange ionique sur la beidellite

Si on travaille avec 2 g d'argile, il faut incorporer $4,214 \cdot 10^{-3}$ mol d' Ag^+ pour obtenir un taux de substitution théorique maximal. Puisque nous utilisons une solution d' AgNO_3 (0,1M), le volume nécessaire ou capacité d'échange ionique est de 42,1 mL, mais nous travaillons avec volume double pour être certain d'atteindre ce taux maximal.

Nous effectuons 3 échanges successifs (2h chacun) sous agitation magnétique à température ambiante. Nous procédons à une centrifugation (10000 tours/min pendant 10 minutes) entre chaque échange pour récolter l'argile modifiée. Les eaux des différents échanges sont conservées pour d'éventuelles analyses ultérieures. Nous avons également recours à un rinçage supplémentaire à l'eau distillée et une centrifugation pour éliminer NO_3^- . Le produit collecté est séché à l'étuve à 40°C pendant 48h, puis broyé (Figure 95). La poudre obtenue (environ 1,78 g) est alors légèrement grisâtre. Cette coloration est vraisemblablement due à une réduction partielle d' Ag^+ en Ag sous l'action de la lumière (l'échange ionique n'étant pas réalisé à l'obscurité).

Le procédé d'échange ionique est facile à mettre en œuvre, est rapide et garantit un échange ionique efficace entre les deux espèces cationiques.

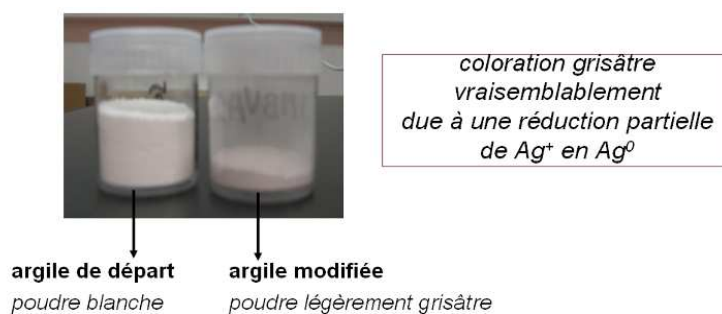


Figure 95: Aspect de l'argile avant et après échange ionique Na^+/Ag^+

Une vérification de l'échange ionique est ensuite effectuée selon différentes méthodes décrites dans les paragraphes suivants.

II.8.2 Préparation du mélange polymère-argile

Nous envisageons ici une seule méthode d'addition des argiles (substituées ou non par Ag^+) dans la poudre, la plus simple à mettre en œuvre au laboratoire. Nous avons ajouté 2,9% ou 6,9% en masse d'argiles modifiées par rapport à la résine, ce qui donne deux pourcentages massiques d'argent différents au sein du polymère (environ 0,4% ou 1% m Ag/résine).

Cette méthode consiste à mélanger une résine solide uréthane acrylate, un photoamorceur *Irgacure 2959* et les argiles précédemment caractérisées. L'ensemble est dissous dans du chloroforme. Le solvant CHCl_3 s'est avéré être un agent de gonflement de l'argile et assure ainsi un bon écartement des feuillets et augmente l'espace interfoliaire [208]. Ensuite ce mélange est étalé sur une plaque de verre avec une barre de calibration qui permettra d'obtenir un feuil d'une épaisseur de 60 μm . Puis l'échantillon subit une évaporation du solvant en étuve à 110°C et une irradiation UV (1,312 J/m^2) (Figure 96).

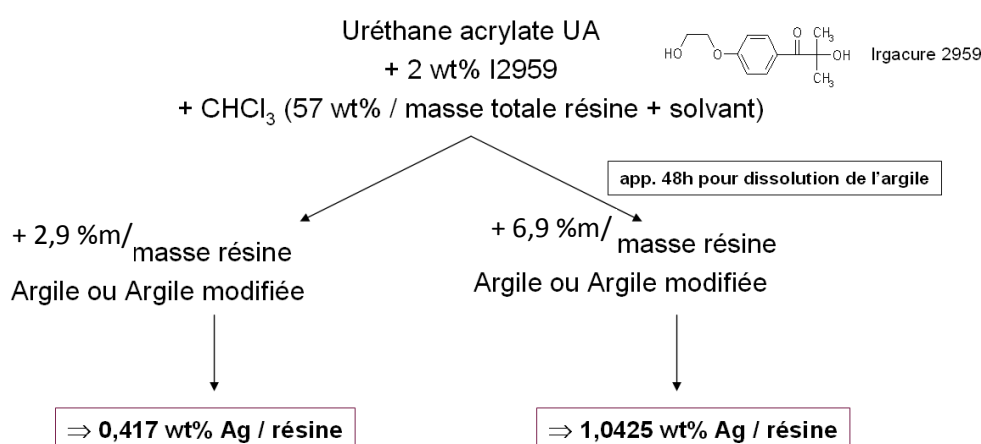


Figure 96: Méthodologie de préparation des films photopolymères

Globalement, cette technique assure alors une bonne répartition des chaînes polymères entre les feuillets. Néanmoins, elle ne peut pas être appliquée de cette façon en milieu industriel car on opère ici par voie liquide. On peut toutefois espérer que le procédé d'extrusion puisse

permettre le mélange des argiles et du polymère tout en favorisant l'intercalation de ce dernier entre les feuillets d'argile.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 Caractérisation des argiles initiales et substituées

Les spectres DRX obtenus pour les échantillons bruts et modifiés sont présentés sur la Figure 97. Nous voyons que les diffractogrammes se superposent bien. Tout d'abord, on note que sur le diffractogramme de l'argile modifiée, il y a moins de petits pics correspondant à des traces d'impuretés fluorées (chiolites). Ces chiolites ont certainement été éliminées avec les lavages à l'eau distillée.

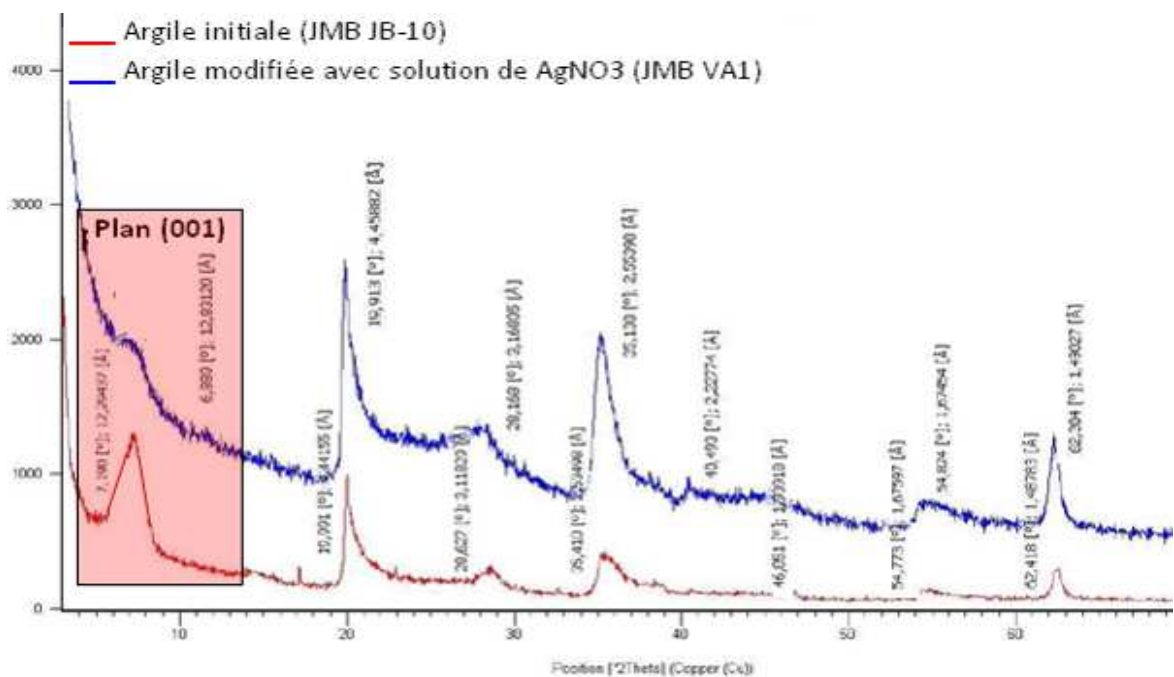


Figure 97: Spectre de diffraction RX de l'argile initiale et de l'argile modifiée par l'ion Ag^+

Seul le pic aux bas angles semble modifié. La périodicité d_{001} est égale à 12,3 Å et 12,8 Å respectivement pour l'argile et l'argile modifiée. Cela reflète une exfoliation résultant de l'échange cationique de Na^+ par Ag^+ qui écarte alors les feuillets de 0,5 Å supplémentaires. Comme leurs rayons théoriques sont $R_{Na^+} = 0,98$ Å et $R_{Ag^+} = 1,13$ Å ^[209], il semblerait que Ag^+ ne soit pas la seule espèce présente après échange ionique. Ceci est confirmé par la forme assez large de la bande (001) du spectre de l'argile modifiée qui peut être attribuée à un mélange d'argent sous forme Ag^+ et Ag (la connaissance des rayons théoriques nous permet de prouver ce mélange hétérogène puisque $R_{Ag} = 1,44$ Å ^[209] = $R_{Na^+} + 0,46$ Å) et/ou à des déformations des argiles, conséquence des contraintes mécaniques exercées lors de l'agitation.

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIÉTÉ ANTIBACTÉRIENNE AUX FINITIONS POUDRES

Les compositions massiques obtenues grâce à l'analyse par fluorescence X sont présentées dans le Tableau 48. La composition en oxydes est une expression plus conventionnelle en industrie et dans les publications.

ELEMENT	Argile	Argile-Ag	OXYDE	Argile	Argile-Ag
Na	4,3	0,4	Na ₂ O	5,762	0,517
Si	25,9	23,2	SiO ₂	55,422	49,723
Al	20,5	18,4	Al ₂ O ₃	38,816	34,832
O	49,3	44,0	Ag ₂ O	-	14,928
Ag	-	13,9			

Tableau 48: Concentrations massiques des éléments et oxydes dans l'argile et l'argile modifiée

La composition en oxygène est calculée pour une normalisation à 100% (il n'est pas possible par fluorescence X de mesurer les éléments légers tels que l'oxygène qui possède un numéro atomique relativement faible). Nous avons pu observer un très faible pic correspondant à du fluor (impuretés, chiolites), mais l'aire du pic n'a pas été prise en compte dans les calculs.

Nous pouvons voir que la quantité de Na a fortement diminué pour l'argile ayant subi l'échange cationique, ce qui montre qu'il a été efficace. La formule chimique brute de l'argile modifiée peut être établie à partir de ces concentrations massiques (Tableau 49) :

Argile initiale							
Elément	%	M (g/mol)	mol	Charge	mol×charge	facteur	facteur×mol
Na	4,27	23	0,186	1	0,186	22/Σ = 3,569	0,66
Si	25,9	28	0,925	4	3,700		3,30
Al	20,5	27	0,759	3	2,278		2,71
					Σ = 6,163		
Argile modifiée avec Ag ⁺							
Elément	%	M (g/mol)	mol	Charge	mol×charge	facteur	facteur×mol
Ag	13,9	108	0,129	1	0,129	22/Σ = 3,997	0,51
Na	0,4	23	0,017	1	0,017		0,07
Si	23,2	28	0,829	4	3,314		3,31
Al	18,4	27	0,681	3	2,044		2,72
					Σ = 5,504		

Tableau 49: Calculs des coefficients des éléments pour déterminer les formules chimiques des argiles

On obtient donc par demi-maille :

- argile initiale : [Na_{0,66} Si_{3,3} Al_{2,71}] [O₁₀ (OH,F)₂],
- argile modifiée avec Ag : [Ag_{0,51} Na_{0,07} Si_{3,31} Al_{2,72}] [O₁₀ (OH,F)₂].

Les micrographies MEB des échantillons sont présentées sur la Figure 98. Leur observation montre bien la structure de type «rose des sables» très caractéristique des argiles. Par ailleurs, on voit que tous les échantillons présentent un aspect homogène. Cependant, pour les argiles modifiées, la surface des grains semble parfois écrasée. Cela peut éventuellement être dû aux contraintes mécaniques exercées par l'agitation et/ou par la présence des nanoparticules d'argent elles-mêmes.

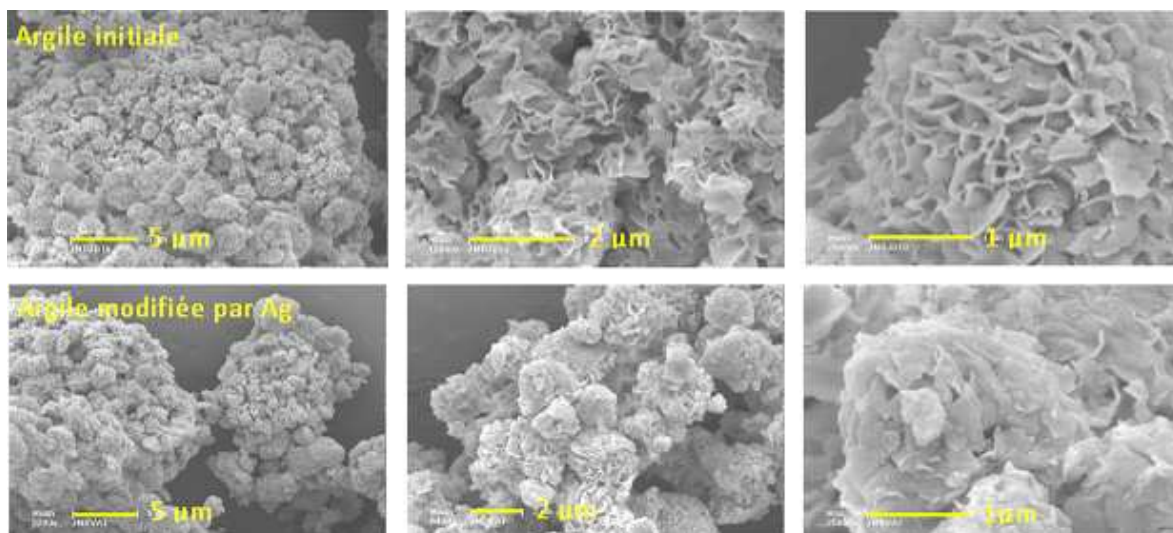


Figure 98: Micrographes MEB des argiles initiale et modifiée

L'analyse chimique élémentaire (détecteur EDX-EDAX) des échantillons d'argile modifiée a permis de confirmer la présence de l'argent sur les argiles. En effet, les images élément par élément (Figure 99) montrent que l'Ag s'est bien réparti dans les grains d'argile puisque les deux images sont superposables.

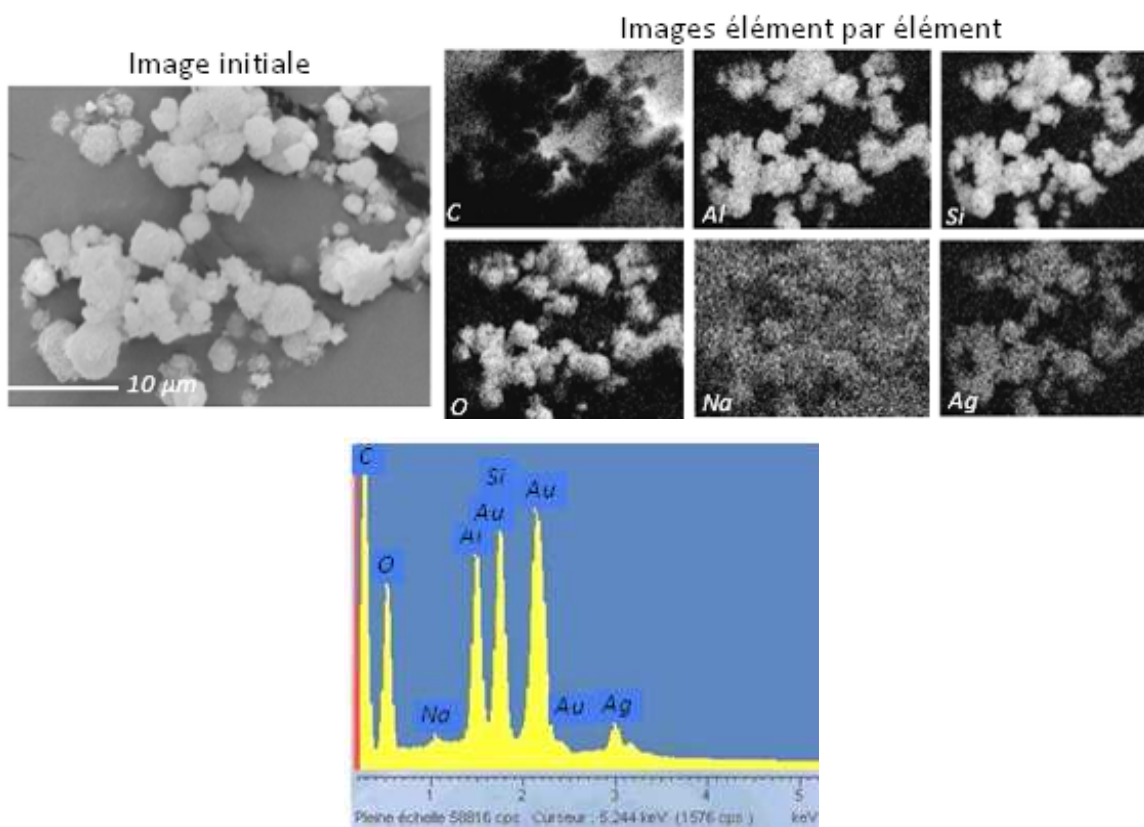


Figure 99: Clichés de l'EDAX et mise en évidence de la présence d'Ag de manière homogène

Les clichés obtenus au MET (Figure 100) présentent des zones sombres ou claires: les zones sombres sont des zones trop épaisses que les électrons ne peuvent pas traverser. Nous pouvons voir que les échantillons modifiés ou non ont un aspect homogène parce que la forme

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIÉTÉ ANTIBACTÉRIENNE AUX FINITIONS POUDRES

« virgule », caractéristique des feuillets d'argile est toujours présente même lorsque l'argile est modifiée. Pour cette dernière, les particules d'argent (en zone sombre) sous forme de nanoparticules (diamètre d'environ 10 nm) sont bien réparties. Des micrographies encore plus précises ont également pu montrer que la forme des nanoparticules d'argent est hexagonale.

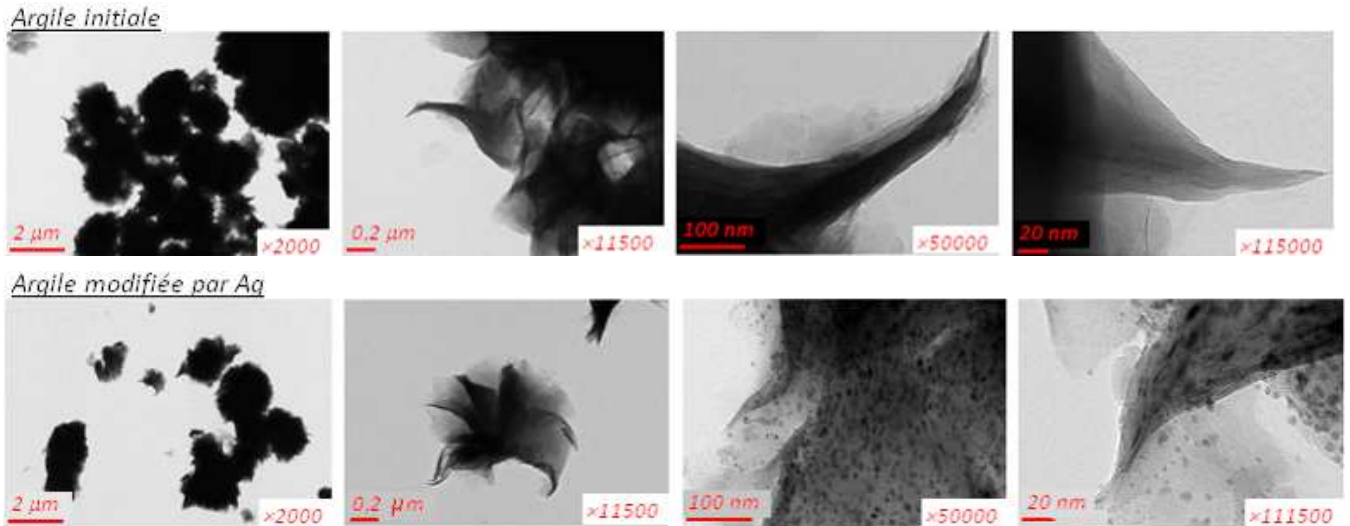


Figure 100: Micrographies MET des argiles

III.2 Caractérisation des films photopolymérisés

III.2.1 Répartition des argiles

Les clichés des films photopolymères effectués au MET (Figure 101) montrent qu'effectivement la technique de préparation des films permet d'obtenir une répartition homogène des particules d'argent dans le réseau, pour les deux concentrations massiques d'argile modifiée, 2,9 et 6,9 %m.

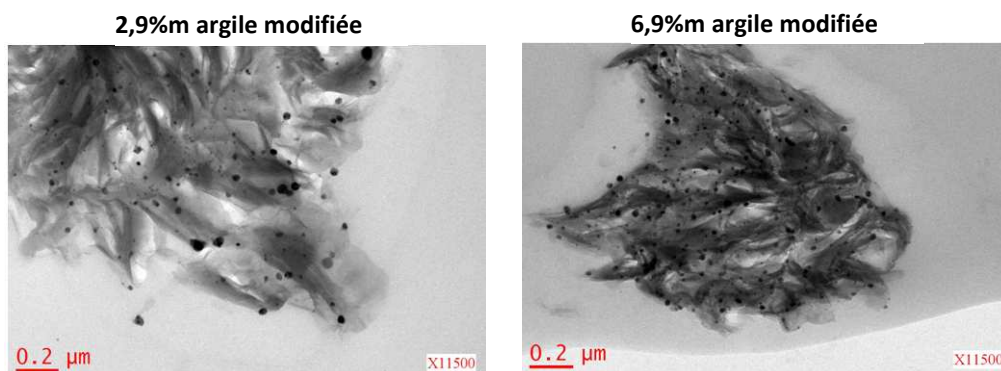


Figure 101: Clichés MET de films photopolymères avec deux concentrations en argile modifiée

On peut également voir sur la Figure 102 que les chaînes photopolymères sont bien dispersées entre les feuillets d'argile par intercalation et exfoliation partielle, même si la littérature mentionne souvent un traitement organophile pour compatibiliser la matrice polymère [210].

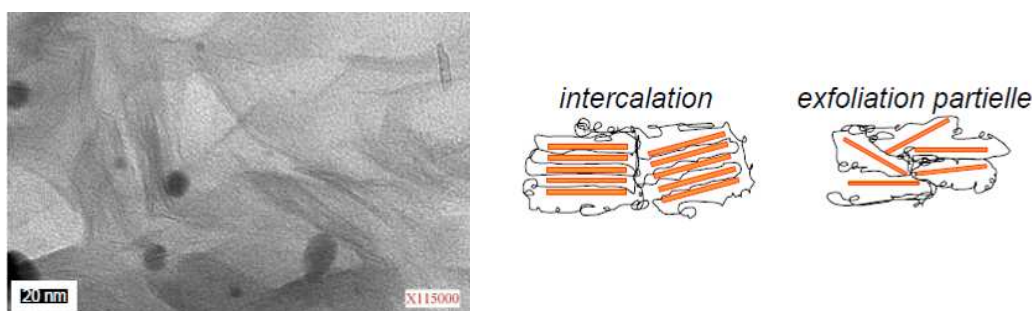


Figure 102: Dispersion de la matrice polymère dans les feuillets d'argile (MET)

III.2.2 Cinétique de photopolymérisation des films suivie par RT-FTIR

Les taux de conversion des différents mélanges au cours du temps à 110°C ont été déterminés. Les résultats sont donnés sur la Figure 103 et dans le Tableau 50. La conversion est tracée en fonction du temps d'irradiation avec un zoom sur les premières secondes.

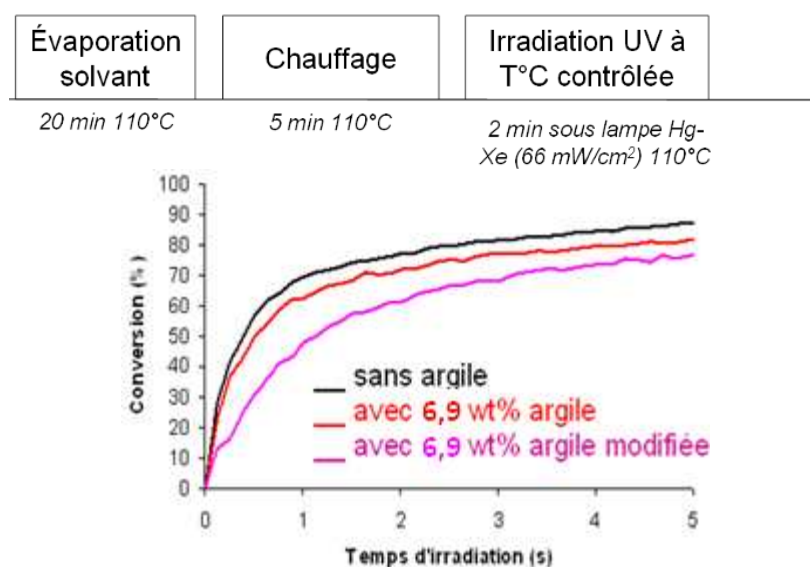


Figure 103: Protocole de polymérisation sous air et cinétique de polymérisation de la résine en présence de 6,9% en masse d'argile initiale ou modifiée

La première partie de la courbe est linéaire et sa pente correspond à $(R_p \text{max}/M_0) \times 100$ avec $R_p \text{max}$: vitesse maximale de polymérisation et M_0 : concentration initiale en fonctions réactives. Ainsi, à partir de la pente et si on connaît M_0 , il est possible de déterminer $R_p \text{max}$.

Caractéristiques	Conversion (%) après 120 s	$R_p \text{max}/M_0 \times 100$ (s ⁻¹)	Temps d'inhibition (s)
Sans argile	100	111	0
Avec 2,9% m argile initiale	100	100	0
Avec 2,9% m argile modifiée	100	100	0,1
Avec 6,9% m argile initiale	100	112	0
Avec 6,9% m argile modifiée	98	52	0

Tableau 50: Résultats des taux de conversions mesurés en RT-FTIR des films avec et sans argile

Par la lecture du Tableau 50, nous pouvons voir que la réactivité du mélange est très faiblement affectée par l'incorporation des argiles modifiées ou non, quelle que soit leur concentration, puisqu'il n'y a pas d'altération du taux de conversion final.

En revanche, pour un ajout d'argile modifiée à hauteur de 6,9% en masse par rapport à la résine, la vitesse initiale de polymérisation est divisée par 2, vraisemblablement en raison d'une viscosité trop importante du mélange [211], mais aussi de la coloration du mélange (à l'origine d'une plus faible absorption lumineuse) et la grande concentration de particules en suspension, mais aussi la plus faible quantité de radicaux disponibles pour la photoréticulation (les radicaux cétyles générés lors de la dissociation de l'Irgacure 2959 peuvent jouer un rôle de réducteurs à l'origine du passage de Ag^+ en Ag).

III.2.3 Analyse des propriétés viscoélastiques des films

Les essais de DMA en mode traction ont été effectués selon la méthode décrite précédemment. D'après la Figure 104, nous pouvons remarquer que l'addition de 2,9 % d'argile initiale ou modifiée n'a pas changé la température de transition vitreuse du feuil polymérisé (située aux alentours de 145°C). En revanche, la Tg est décalée vers des températures supérieures pour une concentration de 6,9 %. Cela confirme donc la moins bonne mobilité des chaînes de polymère avec les argiles à partir d'une certaine concentration. L'intercalation et l'exfoliation des feuillets d'argile peuvent être à l'origine d'une forte interaction entre la matrice et l'argile, surtout lorsque celle-ci est modifiée. Nous comprenons alors que l'augmentation de la viscosité du composite (puisque'il n'y a pas d'ajout de compatibilisateur ou de modification hydrophobe des argiles qui pourraient jouer le rôle de lubrifiant) peut alors améliorer la résistance à la chaleur d'un tel matériau [212].

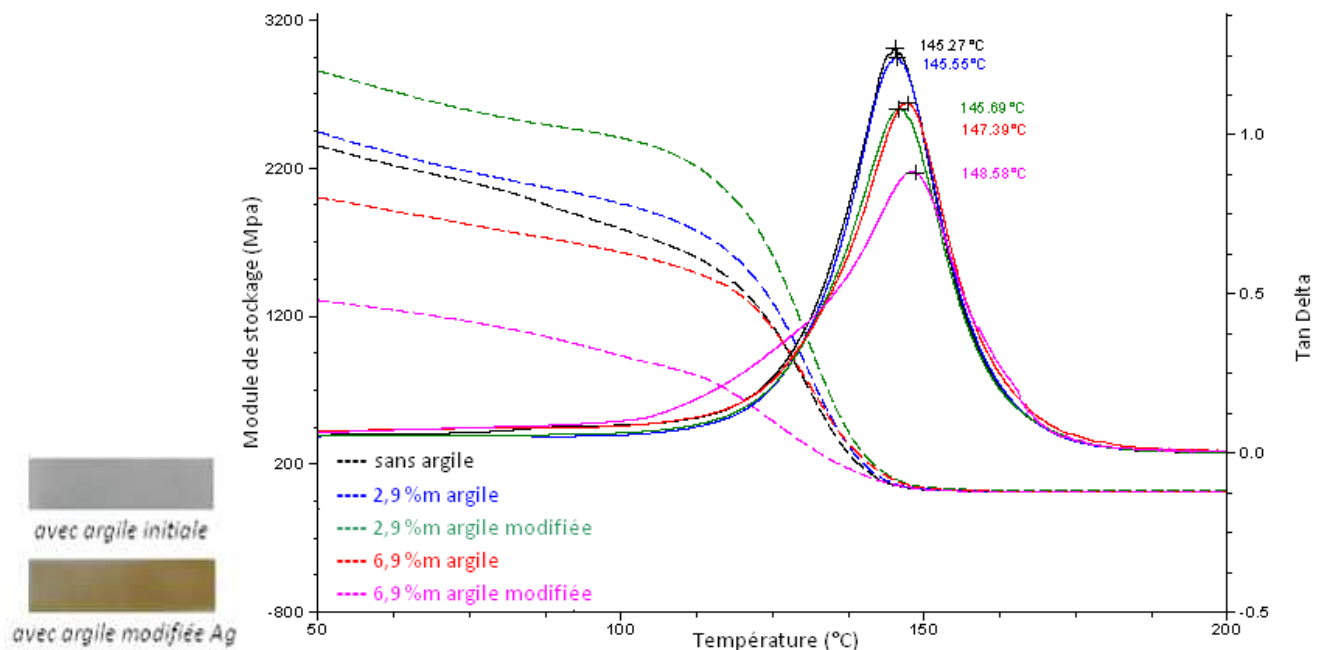


Figure 104: Influence de l'addition d'argile initiale ou modifiée sur les propriétés viscoélastiques

Le module de traction est affecté par un ajout d'argile. Il augmente pour un ajout de 2,9 %m d'argile, d'autant plus lorsque celle-ci est modifiée. La tendance inverse est observée pour

6,9 %m, avec un module minimum lorsque l'argile est modifiée. Le film est donc un peu plus rigide à 2,9 qu'à 6,9 %m d'argile. Ces tendances ont déjà été observées, mais avec des écarts moins importants pour un ajout de montmorillonites dans du polypropylène [212].

D'après le Tableau 51, la largeur du pic Tan δ à mi-hauteur augmente un peu avec l'ajout d'argile, d'autant plus lorsque celle-ci est modifiée. Ces résultats vont dans le sens où le degré d'homogénéité diminue un peu avec l'introduction de l'argile. Mais la variation reste faible et il semblerait donc que nous ayons formé des matériaux composites polymère-argile relativement homogènes.

Caractéristiques	Largeur du pic Tan δ à mi-hauteur (°C)
Sans argile	18
Avec 2,9% <i>m</i> argile initiale	18
Avec 2,9% <i>m</i> argile modifiée Ag	20
Avec 6,9% <i>m</i> argile initiale	19
Avec 6,9% <i>m</i> argile modifiée Ag	24

Tableau 51: Largeur du pic Tan delta à mi-hauteur en fonction des concentrations en argile

III.3 Efficacité biostatique et biocide des feuillets

Les films sans argile et à différentes concentrations d'argiles-Ag ont été soumis aux essais biologiques. Les résultats qui nous ont été communiqués sont donnés dans le Tableau 52.

Ag-beidellite (%massique)	Ag (%massique)	Activité moyenne (vs. Témoin) Staphylococcus aureus	Activité moyenne (vs. Témoin) Escherichia coli
0	0	Pas d'activité (0,54 log)	Pas d'activité (0,16 log)
2,9	0,4	Bactériostatique (5,45 log) Bactéricide	Bactériostatique (5,26 log) Bactéricide
6,9	1	Bactéricide	Bactériostatique (5,45 log)

Tableau 52: Résultats des tests biologiques pour différentes concentrations d'argile dans la poudre

La matrice polymère est inactive vis-à-vis des 2 souches bactériennes testées. Nous pouvons voir que pour les deux concentrations en argiles-Ag, nous obtenons toujours une action au moins bactériostatique sur les bactéries testées. A priori, la souche de Staphylococcus aureus est moins résistante que Escherichia coli puisqu'il y a moins de bactérie en vie à la fin de l'essai. De plus, on observerait déjà une activité bactéricide à 2,9 %m d'Ag-beidellite pour Staphylococcus aureus (et non pas pour E. coli).

Même si les mécanismes d'action de l'argent sur les bactéries ne sont pas très bien connus, nous pouvons envisager plusieurs voies [188] :

- fixation des Ag⁺ sur les membranes des bactéries et blocage de leur respiration (ou destruction),

- passage des Ag^+ au travers des membranes, liaison aux groupements thiols (-SH) des enzymes cellulaires, réduction du métabolisme et prolifération bactérienne stoppée,
- fixation sur l'ADN des bactéries et prolifération réduite,
- catalyse de la production de radicaux issus de l'oxygène, ce qui engendre une oxydation des bactéries et une prolifération de la souche réduite.

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Cette étude a permis de montrer une bonne dispersion des nanoparticules d'argent dans l'argile sans phénomène particulier d'agglomération avec un argent présent sous forme d'un mélange Ag^+/Ag et de forme hexagonale.

Nous avons testé deux concentrations d'argile qui équivalent à environ 0,4 et 1 % en masse d'argent dans les films photopolymérisés. A ces concentrations, la méthode de préparation du mélange semble conduire à une dispersion homogène de l'argile. Par ailleurs, la cinétique de polymérisation reste quasiment inchangée (100% de conversion des fonctions acrylates). En revanche, s'agissant du module d'Young en traction/flexion, on note une croissance ou une décroissance en fonction de la concentration en argile et une forte influence de la présence d' Ag^+ .

Les films contenant des argiles modifiées ont montré une bonne activité bactériostatique ou bactéricide selon les bactéries et la concentration. Ceci constitue un résultat très intéressant pour une application dans les lieux accueillant du public, notamment les crèches et les hôpitaux dans lesquels la présence de bactéries est à réduire au maximum pour éviter les contaminations importantes.

Cependant, la méthode utilisée ne reflète pas vraiment la réalité car elle n'est pas adaptée au procédé de finition poudre (100% sec). Les perspectives de cette étude peuvent donc s'axer sur une adaptation de la technique au procédé industriel avec à terme la possibilité d'un ajout de nanoparticules d'argent dans la formulation de la poudre. Ceci nécessite de vérifier leur bonne dispersion dans chaque particule de poudre après passage à l'extrudeuse, concassage et tamisage. Ensuite, il est nécessaire de vérifier la propriété antibactérienne après application et cuisson de la poudre dans les fours industriels.

En perspective à ce travail, on envisage la génération in situ de nanoparticules d'argent au cours de la réaction de photopolymérisation de la résine d'abord par voie liquide ^[205], puis

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIÉTÉ ANTIBACTÉRIENNE AUX FINITIONS POUDRES

dans les formulations poudres (Figure 105). Dans ce procédé, la décomposition par photolyse du photoamorceur peut générer des radicaux benzoyles et cétyles, qui sont eux-mêmes capables de réduire Ag^+ en Ag en présence d'un sel d'argent, en plus d'amorcer la photoréticulation de la matrice polymère. Toutefois cette technique nécessite d'être optimisée pour garantir une dispersion homogène des nanoparticules (la viscosité des poudres semble trop importante pour le moment) et une conversion finale des fonctions réactives suffisamment élevée.

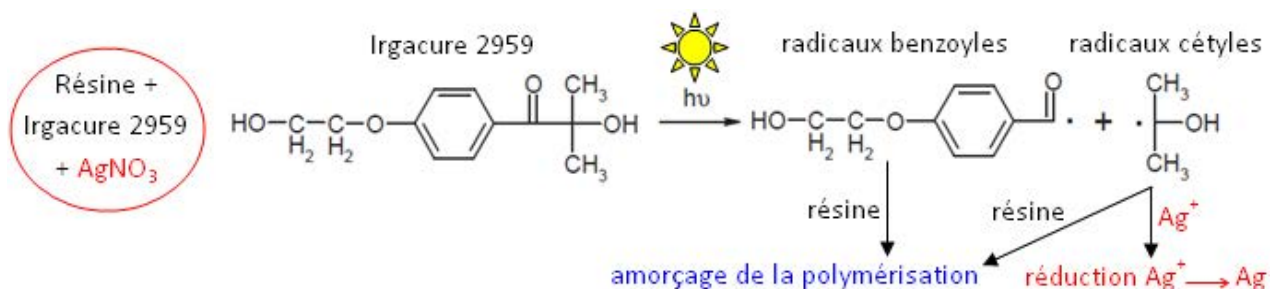


Figure 105: Principe de génération in situ de nanoparticules d'Ag pendant la photopolymérisation

Par ailleurs, dans l'optique d'une transposition de cette fonctionnalisation à l'échelle industrielle, la prise en compte des aspects économiques serait incontournable, même s'il semble que la substitution des argiles avec de l'Ag ne semble pas compliquée et ne demande pas de matériel ni de composant chimique spécifique (mélange simple), mis à part l'argent. Il faudrait également prendre en considération certains points sanitaires et législatifs concernant l'apport d'argent dans un produit de consommation bien que des études aient montré que son incorporation ne présente pas de toxicité majeure pour l'homme ^[213].

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [188] Dastjerdi R., Montazer M. A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. *Colloids and Surfaces B : Biointerfaces* 79 (2010) 5-18
- [189] Lok C.N., Ho C.M., Chen R., He Q.Y., Yu W.Y., Sun H., Tam P.K.H, Chiu J.F. Che C.M. Proteomic analysis of the mode of antibacterial action of silver nanoparticles. *Journal of Proteome Research* 5 (2006) 919-924
- [190] Jeong S.H., Hwang Y.H., Yi S.C., Antibacterial properties of padded PP/PE nonwovens incorporating nano-sized silver colloids. *Journal of Materials Science* 40 (2008) 5413-5418
- [191] Jeong S.H., Yeo S.Y., Yi S.C. The effect of filler particle size on the antibacterial properties of compounded polymer/silver fibers. *Journal of Materials Science* 40 (2005) 5407-5411
- [192] Suvorova E.I., Klechkovskaya V.V., Kopeikin V.V., Buffat P.A. Stability of Ag nanoparticles dispersed in amphiphilic organic matrix. *Journal of Crystal Growth* 275 (2005) 2351-2356
- [193] Ignatova M., N. Manolova, I. Rashkov. Novel antibacterial fibers of quaternized chitosan and poly(vinyl pyrrolidone) prepared by electrospinning. *European Polymer Journal* 43 (2007) 1112-1122
- [194] Yang Q., Li Z., Hong Y., Zhao Y., Qiu S., Wang C., Wei Y. Influence of solvents on the formation of ultrathin uniform poly(vinyl pyrrolidone) nanofibers with electrospinning. *Journal of Polymer Science* 42 (2004) 3721-3726
- [195] Wang S., Hou W., Wei L., Jia H., Liu X., Xu B. Antibacterial activity of nano-SiO₂ antibacterial agent grafted on wool surface. *Surface and Coatings Technology* 202 (2007) 460-465
- [196] Lebaron P.C., Wang Z., Pinnavaia T.J. Polymer-layered silicate nanocomposites: an overview. *Applied Clay Science* 15, issue 1-2 (1999) 11-29
- [197] Zilg C., Muelhaupt R., Finter J. Morphology and toughness (stiffness balance of nanocomposites based upon anhydride-cured epoxy resins and layered silicates. *Macromolecular Chemistry and Physics* 200 (1999) 661-670
- [198] Benfarhi S., Decker C., Keller L., Zahouily K. Synthesis of clay nanocomposite materials by light-induced crosslinking polymerization. *European Polymer Journal* 40 (2004) 493-501
- [199] Wilson M.J. Clay mineralogy and related characteristics of geographic materials. *Journal of Chemical Ecology* 29 (7) (2003) 1525-1547
- [200] Williams L.B., Haydel S. E. Evaluation of the medicinal use of clay minerals as antibacterial agents. *International geology review* 52 (7/8) (2010) 745-770
- [201] Williams L.B., Holland M., Eberl D.D., Brunet T., Brunet de Courssou L. Killer clays! Natural antibacterial clay minerals. *Mineral Society Bulletin* 139 (2004) 3-8
- [202] Williams L.B., Haydel S. E., Giese R.F.Jr, Eberl D.D. Chemical and mineralogical characteristics of French green clays used for healing. *Clays and clay minerals* 56 (4) (2008) 437-452
- [203] Gérard J-F. Nanocomposites and hybrid organic inorganic materials based coatings. Journée technique « Les revêtements techniques innovants » Oyonnax, INSA Lyon 18 mars 2010
- [204] Marcilloux J. ITECH Lyon. Evolution et importance des revêtements. Journée technique « Les revêtements techniques innovants » Oyonnax, INSA Lyon 18 mars 2010
- [205] Celzard, A. Les techniques d'études du bois. Cours ENSTIB 3ème année ORM 5 (2008 b)
- [206] IMSL, Industrial Microbiological Services LTD, England No 3264423, octobre 2005
- [207] Maurin V. Thèse Université de Haute Alsace. Revêtements poudres UV: mécanismes de polymérisation et étude des relations structures / propriétés, 2012
- [208] Utracki L. A. Clay-containing polymeric nanocomposites Volume 2. *Rapra technology* (2004)
- [209] Shackelford J, William A. The CRC materials science and engineering handbook (1992)

CHAPITRE 4 : APPORT D'UNE PROPRIETE ANTIBACTERIENNE AUX FINITIONS POUDRES

- [210] Rachini A., Miehé-Brendlé J. et Burget D. Nanocomposites argile/polymère par photopolymérisation: Synthèse et caractérisation. *Proceeding Congrès Matériaux Dijon* (2006)
- [211] Konwar U., Karak N. et Mandal M. Vegetable oil based highly branched polyester/clay silver nanocomposites as antimicrobial surface coating materials. *Progress in organic coatings*, 68 (2010) 265-273
- [212] Shipeng Z., Jinyao C., Yuan Z., Huilin L., Ya C. Montmorillonite/polypropylene nanocomposites: Mechanical properties, crystallization and rheological behaviors. *Applied Clay Science* 52 (2011) 171-178
- [213] Wen H.C. et al. Observation of growth of human fibroblasts on silver nanoparticles. *Journal of Physics: Conference Series* 61 (2007) 445-449

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

I	INTRODUCTION.....	196
II	MATERIELS ET METHODES	199
II.1	Etude comparative de l'effet barrière des finitions	199
II.1.1 <i>Systèmes substrat-finitions</i>	199
II.1.2 <i>Méthodes d'analyse de l'air intérieur</i>	200
II.2	Traitement de surface des finitions par décharge couronne	203
II.2.1 <i>Intérêt du traitement corona aujourd'hui</i>	203
II.2.2 <i>Principe du traitement corona</i>	204
II.2.3 <i>Système de traitement corona utilisé pour l'étude</i>	204
II.2.4 <i>Méthodes de vérification de l'efficacité du traitement corona</i>	205
II.3	Procédures de fonctionnalisation des finitions	208
II.3.1 <i>Dispersion dans une résine modèle des zéolites et des β-cyclodextrines</i>	208
II.3.2 <i>"Greffage" d'entités adsorbantes en surface de la finition poudre</i>	209
II.4	Caractérisation des finitions fonctionnalisées	211
II.4.1 <i>Observation des feuil</i>	211
II.4.2 <i>Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis de lavages</i>	211
II.5	Evaluation de l'effet dépolluant des principes actifs.....	211
II.5.1 <i>Montage mis en œuvre pour tester l'efficacité des particules de zéolite comme adsorbant</i>	211
II.5.2 <i>Montage et matériel utilisés pour tester la dépollution de l'air par les adsorbants choisis en conditions proches du réel.....</i>	212
III	RESULTATS ET DISCUSSION.....	214
III.1	Etude de l'effet barrière des finitions poudres	214
III.1.1 <i>Emissions polluantes du MDF brut</i>	214
III.1.2 <i>Comparaison des émissions polluantes des différents systèmes MDF-finition</i>	215
III.1.3 <i>Conclusions sur l'impact des finitions poudres sur la qualité de l'air</i>	222
III.2	Traitement corona des finitions avant "greffage" de particules en surface	223
III.2.1 <i>Mouillabilité des finitions poudres sans traitement corona</i>	223
III.2.2 <i>Effet du traitement corona sur la mouillabilité des finitions poudres</i>	225
III.2.3 <i>Impact du traitement corona sur la chimie de surface des finitions poudres</i>	225
III.2.4 <i>Impact physique du traitement corona sur les finitions poudres</i>	230
III.2.5 <i>Conclusion et discussion sur le traitement corona</i>	232
III.3	Caractérisation des films de finition.....	232
III.3.1 <i>Dispersion des adsorbants dans la résine modèle</i>	232
III.3.2 <i>Adsorbants en surface du feuil de finition poudre</i>	233
III.3.3 <i>Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis des lavages</i>	234
III.4	Résultats de l'étude sur l'assainissement de l'air par les adsorbants	238
III.4.1 <i>Efficacité des zéolites pour l'assainissement de l'air intérieur</i>	239
III.4.2 <i>Dépollution de l'air par dispersion des adsorbants dans la résine modèle</i>	240
III.4.3 <i>Dépollution de l'air par "greffage" des adsorbants sur la finition poudre</i>	242
IV	CONCLUSION ET PERSPECTIVES	245
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	247

I. INTRODUCTION

La pollution de l'air en milieu clos où nous passons l'essentiel de notre vie préoccupe de plus en plus les consommateurs ainsi que les pouvoirs publics et attire l'attention de la communauté industrielle et scientifique. Rappelons que nous passons environ 85% de notre temps à l'intérieur de bâtiments ou d'habitacles de véhicules... Un rapport de l'observatoire de la qualité de l'air intérieur de l'OMS de novembre 2006 stipule que 22% des logements présentent des concentrations supérieures à $30 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (valeur européenne INDEX) de monoxyde de carbone et que 2 à 6,5% d'entre eux, des concentrations supérieures aux maxima recommandés par l'OMS ^[182]. Par ailleurs, il est bon de savoir que les fumées de tabac, les isolants, les meubles, les papiers peints, les peintures, les détergents, les colles, les désodorisants, les parfums d'intérieur, les tissus infroissables (ex : rideaux), les parquets ou bien encore les moquettes dégagent de fortes teneurs en formaldéhyde pendant les 5 premières années qui diminuent légèrement au fil du temps.

De nombreuses molécules minérales (zéolites, kaolinites, ...) ou organiques (éthers-couronnes, cyclophanes, cyclodextrines, ...) présentent une cavité capable d'accueillir une ou plusieurs molécules invitées et notamment des polluants ^[183]. Les zéolites sont des polymères inorganiques cristallins structurellement complexes, basés sur une suite indéfinie tridimensionnelle de structures d' AlO_4 et/ou de SiO_4 tétraédriques. Chaque AlO_4 tétraédrique présent dans la structure apporte une forte charge négative qui est compensée par un ou plusieurs cations de métaux alcalins ou alcalino-terreux tels que Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} ou K^+ . Les zéolites font partie des solides microporeux organisés dont le diamètre des pores est inférieur à 2nm. A ce jour, 48 structures de zéolites naturelles ont été recensées ^[184].

En 1954, *Union Carbide* commercialise pour la première fois des zéolites synthétiques comme matériaux industriels servant à la séparation et à la purification. Les premières applications concernent alors la déshydratation des gaz réfrigérants et du gaz naturel ^[185]. Aujourd'hui, il existe 150 structures de zéolites synthétiques ^[184].

La possibilité de les synthétiser avec des structures, tailles et polarités contrôlées rend les zéolites intéressantes dans le domaine de la chimie ^[185]. En l'occurrence, elles peuvent être employées comme échangeurs d'ions (purification, adoucissement de l'eau), tamis moléculaires (séparation de gaz) (Figure 106), catalyseurs, séparateurs des gaz (gaz naturel, gaz nobles, azote, fréon et formaldéhyde) et pièges moléculaires ^[186]. Ce dernier usage industriel est celui qui nous intéresse pour notre étude. Le diamètre des ouvertures étant proche de 0,43 nm ^[183], ceci autoriserait le piégeage de petites molécules type formaldéhyde.

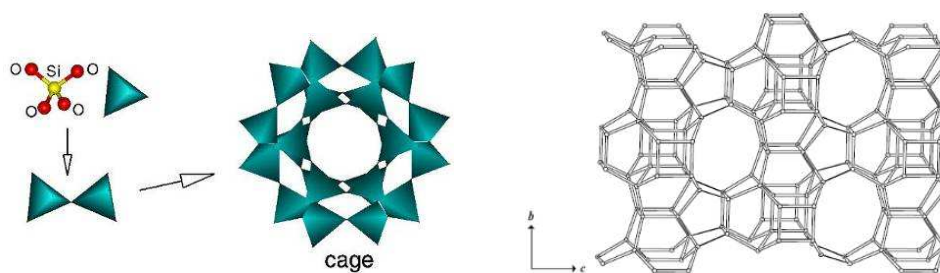


Figure 106: La structure poreuse des zéolites les rend intéressantes pour une application en tamis ou piège moléculaire^{[187], [220]}

La sélectivité de forme et de taille des zéolites est donc utilisée lors des processus de séparation entre les gaz et les hydrocarbures (Figure 107). La taille adéquate des cristaux est d'environ 1 μm . Il est possible de moduler cette sélectivité en faisant varier la taille des cavités et des pores, c'est-à-dire en jouant sur la nature du cation structurant lors de la synthèse. De plus, il a été montré que pour une même zéolite, en l'occurrence la zéolite A, l'échange du cation de compensation sodium (Na^+), par un cation potassium (K^+) ou par un cation calcium (Ca^{2+}) permet de passer d'une taille de canaux de 4 à 3 Å ou de 4 à 5 Å^[185] (rayons théoriques : $R_{\text{K}^+} > R_{\text{Na}^+} > R_{\text{Ca}^{2+}}$)

A l'intérieur des cavités du cristal de zéolite, règne un milieu très acide qui va casser les liaisons du polluant entrant (formaldéhyde et autres COV) et ainsi le détruire.

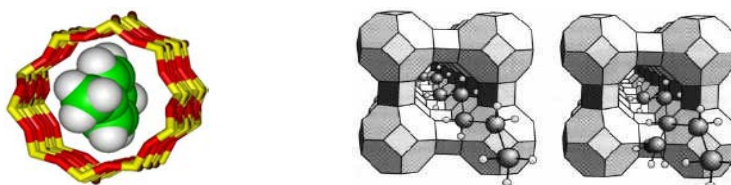


Figure 107: Sélection de taille de molécules à l'entrée des cavités de la zéolite^{[187], [221]}

Finalement, les zéolites présentent aussi l'avantage de pouvoir être régénérées et ne produisent pas de déchets toxiques comme cela peut être le cas avec des catalyseurs métalliques^[185].

Les cyclodextrines (CDs) sont également intéressantes pour l'assainissement de l'air. Elles ont été découvertes par Villiers en 1891 à partir de la dégradation de l'amidon par une souche de micro-organisme (l'amylase de *Bacillus macerans*, c'est-à-dire la cyclodextrinase) isolées plus tard par Schardinger qui a déterminé leur composition ($\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$), $3\text{H}_2\text{O}$. Par la suite, il a été démontré que les dextrines sont construites à partir d'un enchaînement d'unités D-glucopyranoses liées par des liaisons glucosidiques α 1-4, qu'elles sont cycliques et qu'elles peuvent former des complexes d'inclusion dont les propriétés seront intensément étudiées, dans les années 50^[222]. C'est à partir de ce moment que l'étude et les applications des CDs prennent un essor considérable.

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

Le caractère amphiphile des CDs, à la fois hydrophile à l'extérieur et hydrophobe à l'intérieur (Figure 108), leur permet d'inclure dans leur cavité plusieurs types de molécules hydrophobes pour former des complexes d'inclusion solubles dans l'eau [223]. Cette propriété est d'ailleurs exploitée dans les domaines agro-alimentaire et pharmaceutique. L'application des cyclodextrines dans le domaine de l'environnement connaît un intérêt croissant étant donné leur capacité à piéger un nombre important de polluants organiques tels que les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) [224], les solvants chlorés [225] ou encore les déchets de l'industrie nucléaire [226].

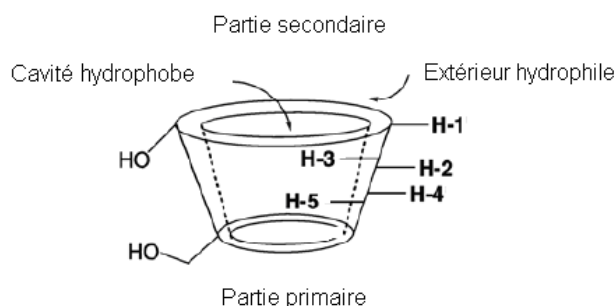


Figure 108: Structure tridimensionnelle de la cyclodextrine

La solubilité dans l'eau des cyclodextrines naturelles dépend du nombre d'unités glucose qu'elles contiennent [227], mais également de l'orientation et l'intensité des liaisons hydrogènes établies entre les groupes hydroxyles C²-OH et C³-OH des entités glucoses adjacentes car ces groupes interagissent moins avec l'eau. La β -CD (7 unités glucose) est la moins soluble des CDs dans l'eau. De plus, elle est insoluble dans le méthanol, l'éthanol, l'isopropanol, l'acétone, le chloroforme et le tétrahydrofurane. En revanche, le diméthylformamide est un bon solvant [228].

L'adsorption des polluants dépend de la stabilité des complexes d'inclusion dans les CDs. Les principales interactions possibles pour ce complexe d'inclusion sont l'échange ionique, la complexation, la chélation, les interactions électrostatiques, les interactions acide-base, les liaisons hydrogènes, les interactions hydrophobes, la précipitation [229], les plus importantes étant les interactions hydrophobes [230]. Cependant, il est préférable de choisir une CD de telle façon que la taille de la molécule invitée soit la plus proche possible du diamètre d'ouverture de la cyclodextrine pour que les interactions faibles (électrostatiques et forces de Van der Waals) s'appliquent au mieux [231].

Diamètre de la cavité (nm)	0,6 - 0,65
Diamètre externe (nm)	1,5 - 1,6
Hauteur du tore (nm)	0,8
Volume de cavité (nm³)	0,262

Tableau 53: Caractéristiques physico-chimiques de la β -cyclodextrine [232]

Toutes les modifications des cyclodextrines se réalisent sur les groupes hydroxyles connus pour leur nature nucléophile. Les principaux types de modifications apportées aux cyclodextrines relèvent de l'éthérisation (dérivés alkylés et silylés), de l'estérification (dérivés acylés et sulfonylés), de l'halogénéation, de substitutions nucléophiles de groupes partants (tosylates, halogénures, etc.). Plusieurs types d'électrophiles puissants comme les halogénures d'alkyle, de phosphoryle, de silyle et de sulfonyle, ou les chlorures d'acide carboxylique, peuvent réagir avec le groupe hydroxyle primaire (en C6) des cyclodextrines. On utilise toujours une base ou un solvant basique car la cyclodextrine est plus stable en milieu alcalin alors qu'elle se décompose en présence d'un acide fort (hydrolyse acide).

II. MATERIELS ET METHODES

II.1 Etude comparative de l'effet barrière des finitions

II.1.1 Systèmes substrat-finitions

Le MDF est un matériau très utilisé en ameublement car il présente de nombreux avantages (faible coût, résistance mécanique satisfaisante, bonne usinabilité). Néanmoins, il renferme une forte teneur en résine qui contient des molécules nocives (formaldéhyde surtout), ce qui n'aide pas à avoir une bonne qualité de l'air dans des pièces et c'est pourquoi nous l'avons choisi comme substrat d'étude.

Nous avons réalisé une série d'essais comparatifs vis à vis de la qualité de l'air intérieur sur des échantillons finis avec des vernis classiques en phase solvant ou aqueuse destinés à l'ameublement et des vernis poudres. L'ensemble de ces essais se fait avec une épaisseur de finition sèche équivalente et environ égale à 100 µm sur toutes les faces des éprouvettes de MDF. Les données relatives aux produits utilisés sont disponibles dans le Tableau 54.

Type de vernis	Liquide Phase solvant	Liquide Phase aqueuse	Poudre
Marque	Milesi	Milesi	Interpon
Référence	Vernis bicouche PU LUA433	Vernis à l'eau HEC75	700LB blanche (époxy-polyester)
Application	Badigeonnage au pinceau : 7 couches		Pulvérisation électrostatique corona : 1 couche

Tableau 54: Produits utilisés comme finition pour application sur le MDF

Les cartouches d'air vicié ont été chargées à partir de la chambre d'essai d'émission à différents temps d'essai : 1h, 3 jours et 6-7 jours. Grâce à un étalonnage préalable, nous avons pu évaluer les évolutions des taux de formaldéhyde et des principaux composés organiques volatils (COV) au cours du temps sur une semaine, selon les méthodes décrites ci-dessous.

II.1.2 Méthodes d'analyse de l'air intérieur

• Dosage des émissions de COV dans la chambre d'essai d'émission :

Pour doser l'émission ou l'absorption de COV par un produit, nous utilisons une chambre d'essai d'émission, un appareil conçu par le CSTB (Centre Scientifique et Technique du Bâtiment). Ces expériences doivent vérifier les normes NF EN ISO 16000-9^[233] et NF EN ISO 16000-11^[234].

Remarque : Dans notre étude, les mesures sont faites sur seulement 1 semaine alors que le temps normal est de 28 jours (temps disponible aux essais réduit). Deux répétitions par échantillon sont effectuées afin d'obtenir une bonne moyenne des données obtenues.

Un ou plusieurs échantillons sont déposés dans la chambre close avec un renouvellement d'air constant de 0,5 volume/h, soit 0,025 m³/h puisque le volume de la chambre est de 50 L. Selon la norme, la température doit être constante et égale à 23±2°C, l'humidité relative de l'air doit être égale à 50±5 % et le débit d'air spécifique par surface constant à 0,02 m/s (section d'ouverture de 3,8 cm²).

La quantité de produit installée dans l'enceinte est proportionnelle à celle observée dans une pièce réelle. A l'état initial, l'air de l'enceinte est « pur » pour l'étude de l'effet barrière des finitions poudres brutes.

Les dégagements de COV totaux (COVT) et de méthane CH₄ en particulier sont mesurés au cours du temps grâce à un appareil comprenant un détecteur FID qui enflamme chaque atome de carbone perçu en présence d'hydrogène (Figure 109).

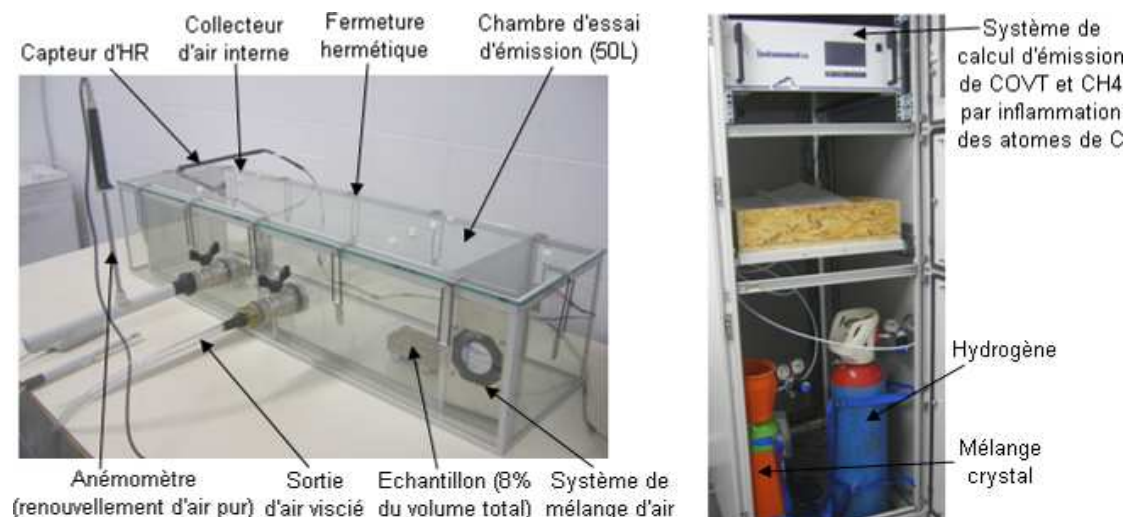


Figure 109: Matériel d'étude de dégagement ou d'absorption de COV

Selon la norme, les COVT constituent la somme des concentrations de COV identifiés et non identifiés éluant entre et incluant le n-hexane et le n-héxadécane.

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

Le but ultime est de vérifier le débit d'émission spécifique par unité de surface q_s de COV en un temps donné pour savoir si les émissions du système finition sont supérieures ou non à des valeurs seuils. Cette valeur est en $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$, mais le système donne un résultat en ppm (partie par million). La conversion se fait de la manière suivante si on prend pour référence 1 ppm de formaldéhyde (CH_2O) :

$$\rho_{\text{COVT}} = \frac{(\text{ppm} \times M_{\text{CH}_2\text{O}})}{Vm} = 1,21 \cdot 10^9 \mu\text{g} / \text{m}^3 \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} Vm &= 24,85 \text{ L} / \text{mol} = 24,85 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3 / \text{mol} \\ M_{\text{CH}_2\text{O}} &= 30 \text{ g} / \text{mol} = 30 \cdot 10^6 \mu\text{g} / \text{mol} \end{aligned}$$

Puis on calcule $q = \frac{n}{L}$ et $q_s = \rho_{\text{COVT}} \times q$

avec : ρ_{COVT} : concentration COVT dans la chambre d'essai ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

L : facteur de charge du produit (m^2/m^3)

n : taux de renouvellement de l'air (volume/h)

q : débit d'air spécifique par unité de surface ($\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$)

q_s : débit d'émission spécifique par unité de surface ($\mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$)

L représente la surface de produit en contact avec le volume d'air de l'enceinte (50L).

Pour la surface du produit, nous prenons en compte les six faces de deux éprouvettes (suspendues dans la chambre) de dimensions $10 \times 10 \times 2$ cm chacune.

$$\text{On obtient alors : } L = \frac{S_{\text{éprovette}}}{V_{\text{chambre}}} = 1,12 \text{ m}^2 / \text{m}^3 \quad \text{avec : } S_{\text{éprovette}} = 0,056 \text{ m}^2$$

$$\text{d'où : } q = \frac{0,5}{1,12} = 0,45 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1} \quad \text{et} \quad q_s = 0,54 \cdot 10^9 \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$$

• Dosage du formaldéhyde en HPLC :

Afin de doser les émissions provenant de matériaux en chambres d'essai, la mesure des aldéhydes dans l'air intérieur ou dans l'air échantillonné a été réalisée selon la norme NF EN ISO 16000-3 [235]. Les aldéhydes ont été prélevés sur des cartouches d'adsorption, présentées sur la Figure 110, contenant du gel de silice et imprégnées du réactif, la 2,4-dinitrophénylhydrazine (DNPH) (marque Waters).

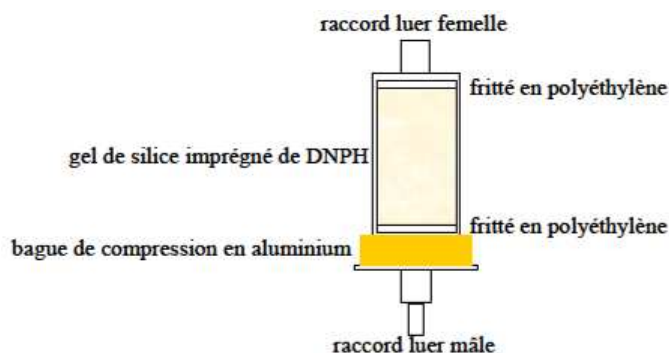
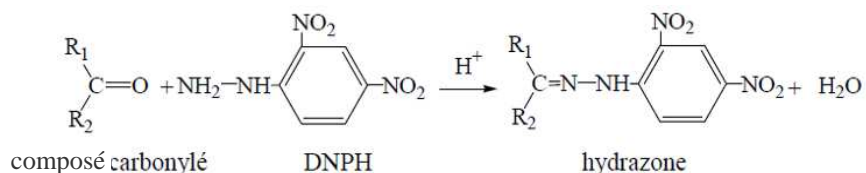


Figure 110: Cartouche d'adsorption pour la mesure des aldéhydes

La méthode utilisée est basée sur la dérivation des composés carbonylés par la DNPH suivie d'une séparation par chromatographie liquide haute performance (HPLC) et d'une détection par absorption dans l'UV ^{[236] [237]}. En présence d'un acide, une réaction spécifique entre un composé carbonylé et le DNPH aboutit à la formation de 2,4-dinitrophénylhydrazones, composés stables pouvant être analysés par HPLC. La détection UV permet ensuite d'identifier les aldéhydes et des cétones parents de ces hydrazones dans la mesure où chaque composé carbonylé réagit spécifiquement avec le DNPH, selon le schéma suivant :



Dans cette série, le débit de pompage est constant et égal à 500 mL/min. La cartouche de prélèvement est éluée par 3 mL d'acétonitrile avant d'être injectée dans un dispositif HPLC à détection UV (*515 HPLC Pump, Waters et SP8450 UV/vis detector, Spectra-Physics*). L'identification et la quantification ont été réalisées par étalonnage externe à l'aide d'un mélange étalon de 15 aldéhydes.

• **Dosage des COV par GC-MS :**

Afin de doser les émissions provenant de matériaux en chambres d'essai, la mesure des COV dans l'air intérieur ou dans l'air échantillonné a été réalisée selon la norme NF ISO 16000-6 ^[238]. Les COV sont prélevés sur des tubes en acier inoxydable (présentés sur la Figure 111), contenant un adsorbant solide, le Tenax TA (*Supelco*). Cet adsorbant, dont la granulométrie varie de 0,18 mm à 0,25 mm (60 à 80 mailles/pouce ou mesh), est un polymère poreux basé sur de l'oxyde de 2,6-diphénylène. Un nettoyage préalable du Tenax par conditionnement thermique, sous un flux d'azote, est effectué. Les prélèvements ont été réalisés à l'aide d'une pompe régulatrice de débit 50 mL/min.

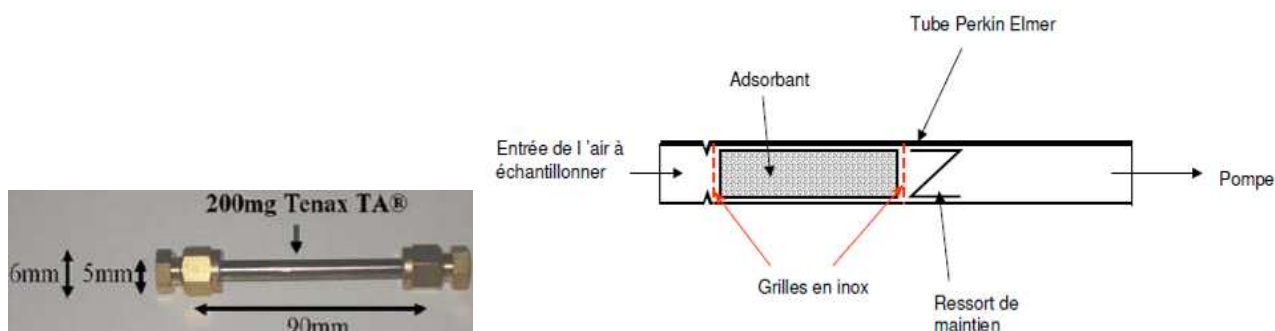


Figure 111: Tube à adsorption pour la mesure des COV et principe

Les prélèvements sont ensuite analysés par GC-MS (après être passés par un système de thermo-désorption automatique (*TurboMatrix ATD, Perkin Elmer*)), c'est-à-dire par chromatographie en phase gazeuse couplée à de la spectrométrie de masse (*Clarus 500, Perkin Elmer*). La désorption thermique est une technique d'extraction de COV à partir d'une matrice solide. Elle s'effectue par chauffage d'un échantillon balayé par un flux de gaz inerte. Les composés sont adsorbés sur un piège froid à -30°C puis désorbés à 300°C avant d'être dirigés vers la colonne chromatographique. L'injecteur est traversé par le gaz vecteur et porté à une température appropriée à la volatilité de l'échantillon. Les différentes molécules sont séparées les unes des autres en fonction de leur affinité avec la phase stationnaire qui provoque un phénomène de rétention avec les différents solutés. Le chromatographe est également doté d'un détecteur FID (détecteur à ionisation de flamme). En aval, le spectromètre de masse peut capturer, ioniser, accélérer, dévier et détecter les molécules ionisées séparément. Le spectromètre de masse brise pour cela chaque molécule en fragments ionisés et détecte ces fragments en fonction de leur rapport masse sur charge (m/q).

L'identification des composés a été réalisée tout d'abord par recoupement des temps de rétention puis par comparaison du spectre de masse avec une bibliothèque de spectres. La quantification des composés a été effectuée par rapport à un étalonnage interne d'1µl d'une solution de naphthalène d8, toluène d8 (molécules deutérées) et tétraméthylbenzène 1,3,4,5 dans les cartouches prélevées et dans des cartouches contenant une solution externe de plusieurs composés susceptibles d'être retrouvés (*Supelco*).

II.2 Traitement de surface des finitions par décharge couronne

Les finitions poudres sont des finitions exemptes de solvant, qui respectent donc davantage l'environnement par rapport aux finitions liquides. Afin d'utiliser des technologies de fonctionnalisation sans faire intervenir de solvants et de réactions chimiques « lourdes » qui pourraient, qui plus est, détériorer l'aspect du feuil, il est possible d'activer les surfaces par voie physique. Il existe de nombreuses techniques : plasma, corona, UV, ultrasons, rayons γ , ... Dans notre travail, nous choisissons le traitement corona puisque nous avons eu l'opportunité d'employer cette technique au laboratoire.

II.2.1 Intérêt du traitement corona aujourd'hui

Le traitement corona a été initialement mis au point pour générer de l'ozone ^[239], mais il est aujourd'hui utile dans l'industrie des plastiques et depuis quelques années dans l'industrie du bois ^{[240], [241], [242]}, du papier ^[243] et notamment du textile comme traitement de surface pour apporter diverses fonctionnalités ^{[244], [245], [246], [247], [248]}. Notons par exemple les travaux qui ont

pu montrer l'intérêt d'un traitement de type corona pour améliorer les interactions entre fibres naturelles et matrices plastiques dans le domaine des composites [249], [250], [251] et de la fonctionnalisation des textiles [252], [253].

Dans le domaine des matières plastiques, le traitement corona, permet de modifier la mouillabilité et la porosité de films comme les polyoléfines [254], [255], le PVC [256]. Il permet également d'améliorer la compatibilité de deux polymères en vue de la fabrication de composites plastique-plastique [257], [258] ou facilite le greffage de particules de plastique (ex : polysiloxanes, acide acrylique, 2-hydroxyéthyle méthacrylate et polyvinylamine) sur des fibres plastiques (ex: polyéthylène téréphtalate) [259], [260], [261], [262].

II.2.2 Principe du traitement corona

Le corona est défini comme une décharge électrique créée entre deux électrodes (haute ou basse tension) séparées par une faible distance. La décharge provoque l'ionisation du gaz inter électrode et génère des ions, des électrons, des neutrons, des radicaux libres. Les molécules gazeuses excitées ou dissociées par la décharge peuvent réagir avec les molécules en surface du substrat à traiter qui sont à leur tour activées [263]. Le gaz d'apport a une influence sur les propriétés finales des matériaux. Si ce gaz est de l'oxygène ou de l'air, il y a oxydation de la surface, augmentation de la mouillabilité et de l'énergie de surface. Cela entraîne sur la surface la formation de fonctions (hydro)péroxydes (-OOH) qui peuvent se décomposer rapidement en radicaux libres. Des fonctions hydroxyles, carbonyles, carboxyles sont également générées [264]. Les modifications ne se localisent que dans l'extrême surface du matériau en faisant augmenter le rapport O/C sans altérer ses propriétés massiques [265].

D'un point de vue chimique, une étude réalisée sur des films de polyéthylène, traités sous corona et analysés par spectroscopie infrarouge, montre que la bande à 1715 cm^{-1} des différents groupements carbonyles C=O ($\text{R}_1\text{R}_2\text{C}=\text{O}$, $\text{RHC}=\text{O}$, RCOOH) augmente [266]. Les analyses par XPS de films de polyéthylène (PE) traités par corona sous air confirment l'incorporation d'oxygène sous la forme de groupements hydroxyles, carbonyles et carboxyles [267]. Les mêmes observations sont faites sur des molécules cellulosiques [268].

II.2.3 Système de traitement corona utilisé pour l'étude

Pour notre étude, nous avons travaillé à la pression atmosphérique avec un système comprenant une cellule de traitement, un transformateur et un générateur de courant (Figure 112). A l'intérieur de la cellule de traitement, se trouvent les électrodes constituées de deux plaques en inox, recouvertes du côté intérieur par des plaques de verre d'épaisseur 0,15 cm qui jouent le rôle d'isolant et empêchent la formation d'arcs électriques.

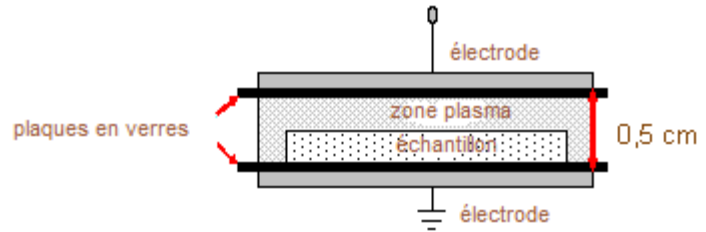


Figure 112: Equipement de traitement Corona du laboratoire et schéma de la cellule de traitement

L'espacement des plaques d'inox est de 0,8 cm, et celle des plaques en verre, de 0,5 cm. L'échantillon traité doit donc avoir une épaisseur inférieure à 0,5 cm. Le générateur est relié à un transformateur basse fréquence qui délivre une tension de sortie ajustable jusqu'à 15 kV.

II.2.4 Méthodes de vérification de l'efficacité du traitement corona

La vérification de l'efficacité du traitement se fait par une mesure comparative de la mouillabilité du substrat, une analyse en XPS avec et sans traitement corona, une comparaison de la topographie de surface et de la couleur ainsi qu'un test de présence de radicaux libres en utilisant une solution de DPPH.

- **Mouillabilité et angle de contact :**

La mesure de l'angle de contact θ rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface par mouillabilité (Figure 113).

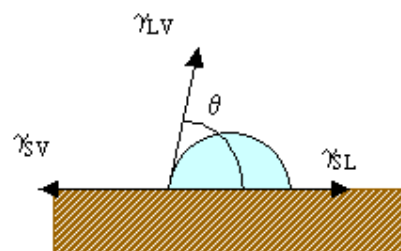
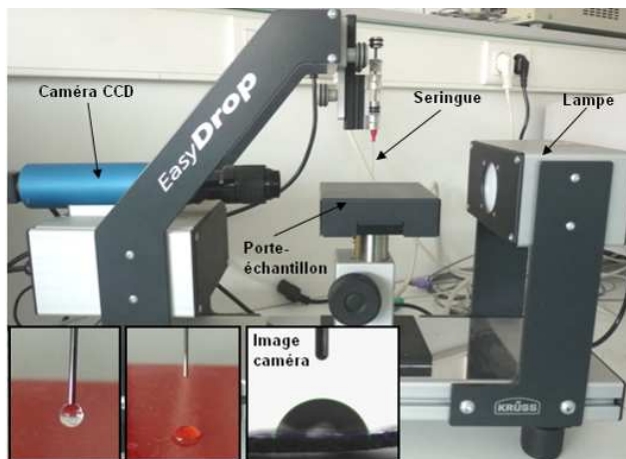


Figure 113: Goniomètre Easy Drop Krüss et principe de mesure de l'angle de contact

En pratique, une goutte de liquide, en général de l'eau, est déposée à l'aide d'une seringue sur la surface de l'échantillon à analyser. La mesure de l'angle θ se fait à partir d'images capturées par une caméra de haute résolution. Un logiciel permet de numériser le contour de la goutte par traitement des images. Il détermine ensuite l'angle de contact grâce à

des méthodes d'interpolation. Pour notre étude, nous avons utilisé le goniomètre *Easy Drop Krüss* équipé d'une caméra CCD et le logiciel *Drop Shape Analysis*.

Nous pouvons établir deux comportements du substrat en fonction de la valeur de l'angle de contact, comme le montre la Figure 114.

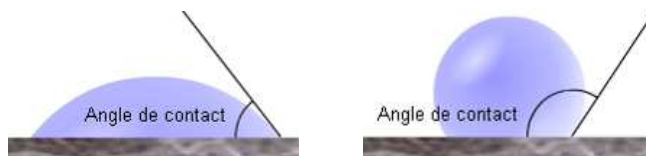


Figure 114: Hydrophilie (substrat mouillable): $\theta \leq 90^\circ$, hydrophobie (substrat peu mouillable): $\theta \geq 90^\circ$

• Spectroscopie de photoélectrons X (XPS) :

Le spectromètre XPS utilisé est un *Kratos Axis Ultra DLD (Kratos Analytical, UK)*. L'analyse XPS permet d'obtenir la composition chimique (nature des liaisons chimiques et pourcentages atomiques) d'une surface d'un matériau sur une profondeur variant de 1 nm à 10 nm ^[269].

L'interaction de photons d'une source X avec la matière rend instables les atomes qui la composent. Ils quittent alors l'atome avec une énergie cinétique E_c . La relation $E_l = hv - E_c - W$ permet de déterminer l'énergie de liaison E_l des électrons et d'identifier les atomes dont ils proviennent (avec hv : énergie du photon incident et W : travail de sortie).

Dans notre étude, l'énergie de référence est la suivante : $E_{Al} = 1486,6$ eV avec une largeur de raie ΔE_{Al} de 1,3 eV comme décrite dans de nombreuses publications ^{[270], [271], [272]}.

Lors de l'analyse, on observe dans un premier temps un spectre global mettant en relation l'intensité et l'énergie de liaison E_l , sur lequel on identifie l'ensemble des orbitales (C_{1s} : 285 eV, O_{1s} : 530 eV, N_{1s} : 400 eV) ^[272]. La concentration élémentaire en % atomique pour chaque atome est déterminée à partir du calcul de l'aire sous les pics. Lorsqu'on déconvolue les pics, nous pouvons alors connaître les types de liaisons chimiques dans lesquelles l'atome est impliqué (Figure 115).

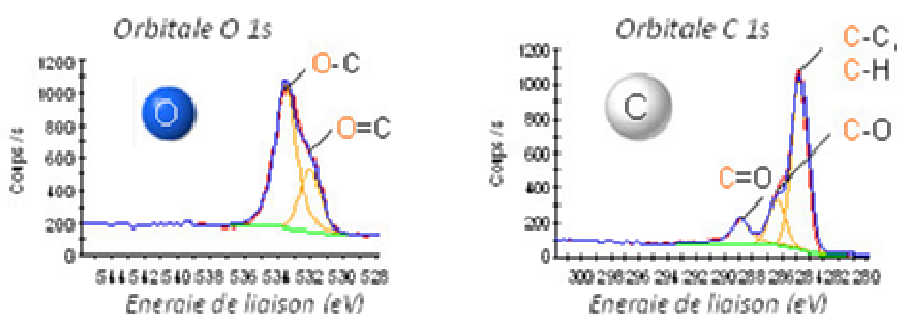


Figure 115: Exemple de traitement informatique pour les spectres des orbitales O_{1s} et C_{1s}

L'échantillon de dimension 10×10×1 mm (épaisseur placage+ finition) est fixé à l'aide de lames sur un porte-échantillon mis ensuite sous ultravide (environ 3.10^{-9} mbar).

• Détermination de la présence de radicaux libres en surface :

Afin de montrer, par exemple, que le traitement corona génère des radicaux libres en surface des finitions poudres polymérisées, nous avons utilisé un piègeur de radicaux, le 2-2 diphényl-1-picryl-hydrazyl (DPPH). Ce composé possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote (Figure 116) et la délocalisation de cet électron fait que le DPPH reste sous une forme monomère relativement stable à température ambiante ^[273]. Même à de très faibles concentrations, cette délocalisation engendre une couleur caractéristique violette de la solution de DPPH.

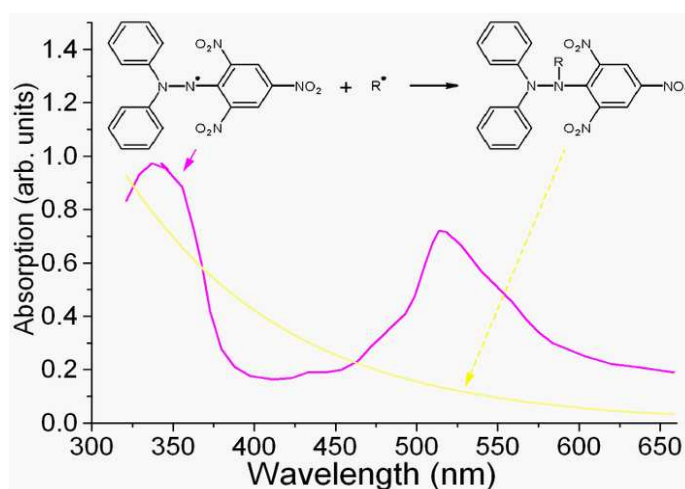


Figure 116: Structure chimique du radical libre DPPH et modification du spectre UV-visible lors de sa recombinaison

Le DPPH réagit avec les groupements phénoliques et les antioxydants et perd sa coloration lors de cette recombinaison. La détermination de la présence de radicaux libres en surface de nos échantillons (et non d'agents antioxydants, puisqu'il n'y a pas de groupements phénoliques pouvant jouer ce rôle dans la formulation des poudres d'après le fabricant AkzoNobel) se fait alors en mesurant la diminution de la coloration de la solution de DPPH disposée en surface (chute de l'absorbance) par spectrophotométrie UV-visible à 515-518 nm.

Protocole expérimental :

Nous avons traité par corona sous 15 kV pendant plusieurs temps (0, 2, 5, 10 et 15 minutes) des échantillons de verre (surface de 18,75 cm²) poudrés (poudres blanches *Interpon* 700LB-FA356F, 340UV-9A351F et 640UV-9A050F) et polymérisés. A partir d'une solution mère de DPPH à 0,26 g/L, on prépare une solution de composition volumique : 20 % de la solution de DPPH, 17,5 % d'éthanol et 62,5 % de solution tampon de pH 4,65. Il est important de se placer en milieu tampon car nous avons mis en évidence que le traitement corona acidifie

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

la surface et que le coefficient d'extinction molaire du DPPH est affecté par le pH (réaction directe avec le DPPH qui empêcherait de voir l'effet des radicaux formés par le traitement corona).

Immédiatement après traitement corona (dans les 10 secondes), 300 μ L de solution de DPPH sont disposés sur les échantillons pendant 5 min dans l'obscurité. Après cette période, le liquide est prélevé et analysé par spectroscopie UV-visible (*Shimatzu UV-2550*).

En s'appuyant sur un étalonnage préalable, il est possible de déduire la concentration en DPPH des solutions qui réagissent avec les finitions poudres et d'évaluer la proportion des radicaux libres formés en fonction du temps de traitement.

II.3 Procédures de fonctionnalisation des finitions

II.3.1 Dispersion dans une résine modèle des zéolites et des β -cyclodextrines

Pour simplifier l'étude, nous avons choisi de n'utiliser qu'une formulation simplifiée ne prenant en compte qu'une résine polyester méthacrylate (provenant d'*AkzoNobel*) et un photoamorceur (Irgacure 2959) à hauteur de 2% en masse de résine. Pour apporter la fonction d'adsorption de polluants, nous avons ajouté à ce mélange une quantité variable de zéolite ou de β -cyclodextrine non modifiée. Le mélange a été solubilisé (CHCl_3) sous agitation à température ambiante pendant 6h pour l'homogénéiser.

Nous avons ensuite étalé le mélange sur des lames de verre et formé un film d'une centaine de microns (à l'aide d'une barre de calibration) avant de les placer à l'étuve pendant 15 min à 70°C, cette étape étant suivie d'une polymérisation sous rayonnement UV.

• Caractéristiques de la méthode de dispersion :

Poudre de nanoparticules de zéolite : zéolite cristalline d'aluminosilicates composée de SiO_2 et Al_2O_3 en proportions variables avec des oxydes métalliques $<45\mu\text{m}$, *Sigma*.

Poudre de β -cyclodextrine : $\text{C}_{42}\text{H}_{70}\text{O}_{35}$, *SAFC Sigma-Aldrich*.

Concentration des produits dispersés : 0, 1%, 2%, 5%, 10% en masse par rapport à la masse de résine et de durcisseur.

Solvant : Chloroforme, rapport massique résine-produit actif: CHCl_3 = 1:2

Pour caractériser les feuillets de finition et notamment la répartition des additifs dans la finition et en surface, nous avons fait des observations au microscope optique, au MEB et des analyses en spectroscopie IR.

II.3.2 Greffage d'entités adsorbantes en surface de la finition poudre

Nous avons procédé à la synthèse d'une CD modifiée : la tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine. Il s'agit d'une cyclodextrine poly-substituée par des groupements allyles qui sont des groupements présentant des insaturations pouvant réagir avec la finition par voie radicalaire.

• Substitution nucléophile des cyclodextrines :

Il s'agit d'une modification par substitution nucléophile en milieu basique effectuée selon le protocole décrit par Zhong et Zhao ^[274]. La β -CD native réagit avec le bromure d'allyle dans un mélange de DMF et DMSO, en présence d'oxyde de baryum (BaO) et d'hydroxyde de baryum (Ba(OH)₂) pour donner une cyclodextrine persubstituée en positions 2 et 6, la tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine (Figure 117).

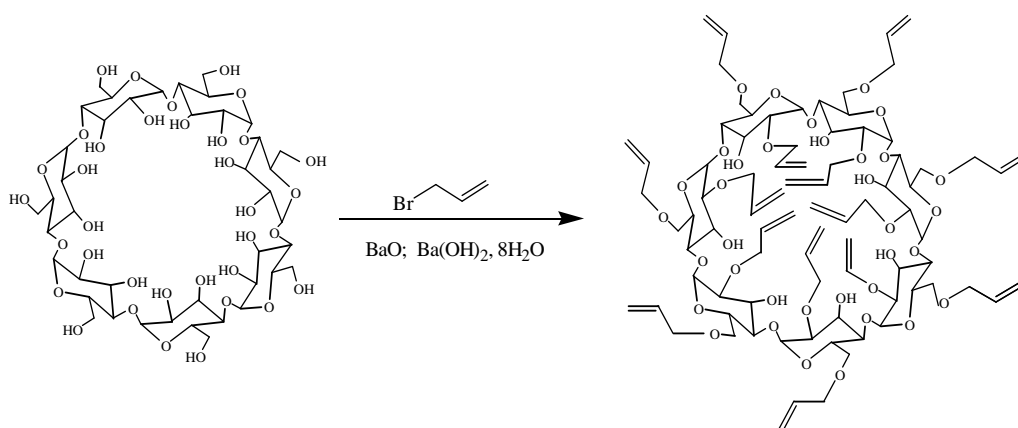


Figure 117: Schéma de synthèse de la tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine ^[183]

Cette cyclodextrine modifiée avait déjà été synthétisée au LERMAB ^[183] et caractérisée par RMN^{1H}, spectroscopie IR, spectroscopie de masse, diffraction aux rayons X et par analyse élémentaire (cf. Annexe Z)

• Caractérisation des cyclodextrines modifiées :

Dans un premier temps, nous avons vérifié que la modification que nous avons effectuée a été réalisée correctement. Une première analyse comparative entre la β -CD non modifiée et modifiée en spectroscopie infrarouge a permis d'obtenir les spectres de la Figure 118.

La diminution du pic à 3430 cm⁻¹ montre une baisse de la quantité de groupements OH alors que l'apparition d'un pic à 3080 cm⁻¹ et à 925 cm⁻¹ indique la présence de liaisons C=C dans la forme modifiée de la β -cyclodextrine. Par ailleurs, la croissance des pics à 2922 cm⁻¹ et 1040 cm⁻¹ qui correspondent respectivement aux liaisons C-C et C-O-C confirme le fait que la substitution des groupements OH par des groupements allyles a bien eu lieu. En revanche,

l'apparition d'un petit pic à 1730 cm^{-1} indiquerait qu'il reste vraisemblablement un peu de bromure d'allyle qui n'a pas réagi.

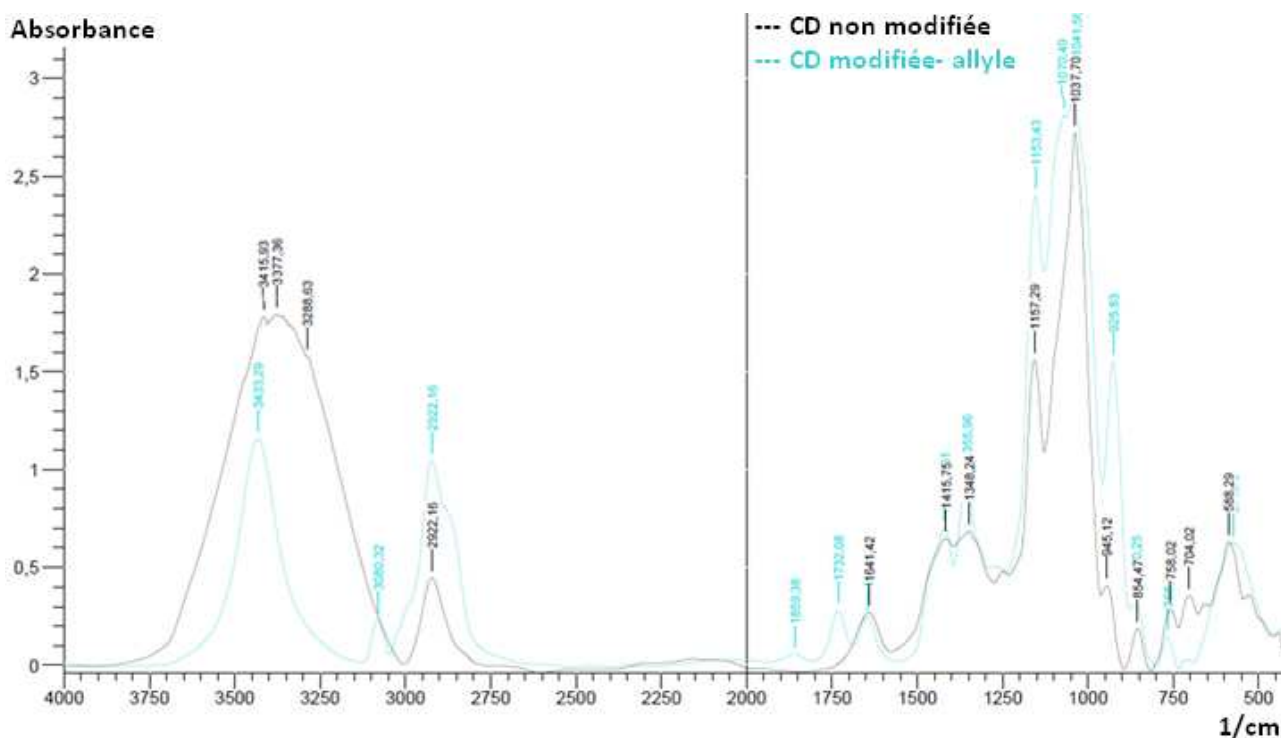


Figure 118: Spectres IR des cyclodextrines modifiées et non modifiées

Une analyse complémentaire en RMN ^1H a confirmé qu'on a bien obtenu la tétradécakis-(2,6-di-allyle)- β -cyclodextrine avec les déplacements chimiques suivants : $\delta=3,26\text{-}3,44$ ppm (m, 14H), $\delta=3,5\text{-}3,8$ ppm (m, 28H), $\delta=3,93$ ppm (dd, 14H), $\delta=4,18$ ppm (dd, 7H), $\delta=4,32$ ppm (dd, 7H), $\delta=4,8$ ppm (s, 7H), $\delta=4,92$ ppm (d, 1H, 7H, $J = 3,5$ Hz), $\delta=5,03\text{-}5,34$ ppm (m, $\text{CH}=\text{CH}_2$, 28H), $\delta=5,86$ ppm (m, $-\text{CH}=\text{}$, 14H) (cf. Annexe AA).

• **Greffage des molécules adsorbantes en surface de la finition :**

Les échantillons de verre (dimensions 7,5 cm \times 2,5 cm) poudrés avec des finitions 700LB, 340UV et 640UV, cuits (fusion à l'étuve à 110°C pendant 15 minutes et polymérisation sous 2 lampes UV de puissance unitaire de 5,6 kW pendant 15 s environ) avec une épaisseur de feuil sec proche de 80 μm sont tout d'abord traités par corona (15 kV pendant 15 min). A l'issue de ce traitement, on étale sur les échantillons 300 μL de solution de zéolite, de β -cyclodextrine ou de tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine dans l'éthanol (rapport massique de 1% ou 2%). Les lames sont ensuite séchées à température ambiante.

II.4 Caractérisation des finitions fonctionnalisées

II.4.1 Observation des feuil

Les échantillons sont observés au moyen d'une loupe binoculaire et au microscope optique pour vérifier que les adsorbants sont bien dispersés dans ou sur le film de finition.

II.4.2 Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis des lavages

Des éprouvettes de verre recouvertes de vernis 340UV, ayant subi un traitement corona et une application de différentes solutions d'adsorbants (1 et 2% m d'adsorbant/m éthanol) ont subi un lavage selon 3 techniques différentes qui reproduisent les conditions d'une utilisation réelle.

La première consiste en un nettoyage avec un détergent ménager (Pantastic Plus, *Ecolab*, conforme au décret n°98-507 du 17/06/98 réglementant les produits pour collectivités destinés au nettoyage des matériaux et objets en contact avec les denrées alimentaires) mélangé à de l'eau (3,5 mL/10 L d'eau) appliqué au moyen d'une éponge douce (un simple aller-retour sur la surface).

La deuxième technique est basée sur l'emploi d'une lingette nettoyante multisurfaces (marque *Auchan*, qui contient du méthylisothiazolinone et du linalol), avec également un aller-retour sur la surface et une pression des doigts assez légère.

Le troisième type de lavage a été réalisé avec une lotion nettoyante pour les vitres et surfaces lisses (Per Vetro, *Ecolab*, détergent vitres et surfaces modernes) sans dilution et avec une éponge, de la même façon que précédemment.

Après cela, de nouvelles observations à la loupe, en microscopie optique et en XPS ont permis de vérifier la persistance ou la disparition des adsorbants.

II.5 Evaluation de l'effet dépolluant des principes actifs

II.5.1 Montage mis en œuvre pour tester l'efficacité des particules de zéolite comme adsorbant

L'étude de la capacité des zéolites à réduire les polluants de l'air intérieur, de la cinétique du procédé et de leur saturation dans le temps se fait en utilisant le montage présenté sur la Figure 119.

De l'air pollué (C_2H_4 : 1,835%, C_2H_6 : 1,940%, C_2H_2 : 2,166%, N_2 : 94,059%) passe dans la zone où est placée la poudre de zéolite entre deux disques poreux pour éviter que la poudre ne passe dans le circuit. L'air en sortie de cette zone est analysé par le détecteur FID intégré au

chromatogramme. Nous pouvons ainsi visualiser les périodes d'adsorption et de désorption en faisant passer successivement de l'air pur et de l'air vicié.



Figure 119: Montage pour l'analyse de l'adsorption de polluants par les zéolites

II.5.2 Montage et matériel utilisés pour tester la dépollution de l'air par les adsorbants choisis en conditions proches du réel

• Montage d'essai :

Pour ces essais, contrairement à précédemment, nous souhaitons tester la capacité d'adsorption en conditions proches de la réalité, c'est-à-dire sans circulation d'air pollué en continu. Nous avons donc choisi de travailler avec une enceinte hermétique dans laquelle sont disposés les échantillons de finition contenant les adsorbants en surface ou dispersés dans la masse en respectant le rapport S/V environ égal à $0,5 \text{ m}^{-1}$. Cette enceinte contient une entrée bouchée par un septum, par lequel, grâce à une seringue, nous pouvons introduire une pollution (formaldéhyde par exemple) à une certaine concentration qui devrait être idéalement choisie pour représenter la concentration moyenne habituellement retrouvée dans l'air intérieur.

Remarque 1 : La sensibilité de notre outil analytique nous a néanmoins contraints à travailler à une concentration en formaldéhyde supérieure à celle habituellement relevée dans les bâtiments de vie, soit $170 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (pour la dispersion des adsorbants dans la masse) et $324 \mu\text{g}/\text{m}^3$ * (pour le dépôt des adsorbants en surface de la finition).

La concentration en formaldéhyde est inférieure pour l'étude de la dispersion des adsorbants dans la résine car pour ces expériences, nous n'avons placé qu'une seule lamelle de verre dans l'enceinte, contre deux pour le dépôt des adsorbants sur la finition.

L'enceinte est reliée à une zone dans laquelle nous pouvons placer une cartouche adsorbante de pollution (Figure 120).



Figure 120: Montage d'analyse de la dépollution de l'air par les finitions recouvertes d'adsorbant

Nous pouvons donc via l'analyse de cette cartouche voir le pouvoir adsorbant des échantillons testés (adsorption cartouche air pollué sans échantillon – adsorption cartouche air pollué avec échantillons contenant les adsorbants).

• Injection : calcul de la concentration en formaldéhyde :

Pour une concentration de $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ dans l'enceinte, sachant que son volume est proche de 2L, il faut introduire environ $0,2 \mu\text{g}$ de polluant avec la seringue de $50 \mu\text{L}$, ce qui représente une concentration de 4 mg/L. La masse volumique du formaldéhyde étant de $0,8153 \text{ g}/\text{cm}^3$ (solution à 37%), 4 mg représente environ $4,91 \mu\text{L}$ de formaldéhyde (soit $13,26 \mu\text{L}$ de solution de formaldéhyde à 37%) à mélanger dans la seringue d'1L.

• Adsorption sur cartouche et analyse :

Pour le formaldéhyde, nous utilisons un corps diffusif bleu 120-1 (*Radiello*) contenant une cartouche 165 (filet acier inoxydable 100 mesh, fluorisil + 2,4-DNPH). La durée de l'essai est ajustée en fonction du débit de piégeage de la cartouche. Ici, nous choisissons 3h de prélèvement. L'extraction du formaldéhyde se fait par élution dans l'acétonitrile pour une analyse en HPLC en phase inversée et détection UV à 365 nm.

Remarque : Pour les COV, il faudrait utiliser un corps diffusif jaune 120-2 (*Radiello*) contenant une cartouche 145 (filet acier inoxydable à la maille $3 \times 8 \mu\text{m}$, rempli avec 350 ± 10 mg de charbon graphité 35-50 mesh). Pour l'analyse, la cartouche serait insérée à l'intérieur d'un tube destiné à la désorption thermique, qui peut ensuite être analysé en GC-MS.

La masse de polluant piégée peut être légèrement modifiée selon la température ambiante car le débit de piégeage en dépend. Par exemple, pour une concentration moyenne de polluant de $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et un temps d'adsorption de 24h, la masse de formaldéhyde piégée est comprise entre 14,17 et $14,26 \mu\text{g}$ pour une température variant de 20 à 25°C . Durant la durée des essais, nous nous assurons donc que la température demeure constante et égale à 23°C .

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1 Etude de l'effet barrière des finitions poudres

III.1.1 Emissions polluantes du MDF brut

- Emissions en COV totaux et en CH₄ :

Un MDF émet 80% des COV qu'il contient en 1 mois. Le MDF utilisé dans cette étude est plus âgé, donc il émet peu pendant toute la durée de l'essai. En effet, sur les 6 jours d'essai, la concentration en COV totaux s'élève à environ 2,5 ppm, dont 1,7 ppm de CH₄ (Figure 121).

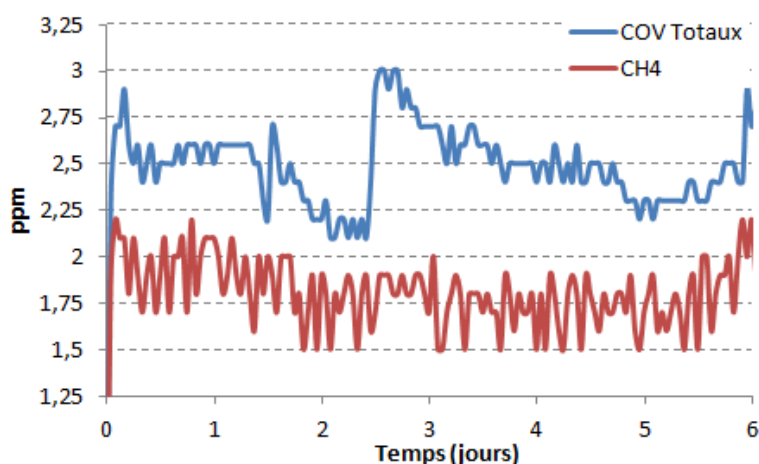


Figure 121: Evolution des émissions de COVT et de CH₄ du MDF sans finition

- Détermination et dosage des composés de type aldéhydes en HPLC :

Les concentrations de ces composés aux différents prélèvements effectués sur la semaine d'essai sont présentées sur la Figure 122.

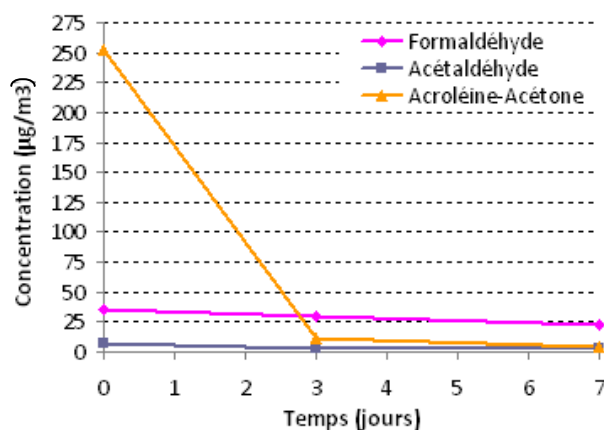


Figure 122: Emissions en aldéhydes et cétone du MDF brut

Les émissions obtenues sont certainement dues à la colle contenue dans le panneau de fibres (UF, MUF) et à ses additifs essentiellement. On peut voir que le MDF émet surtout de l'acétone et de l'acroléine au tout début de l'essai (1h) à hauteur de 250 µg/m³, puis les émissions diminuent rapidement. Les concentrations en formaldéhyde et en acétaldéhyde,

quant à elles, restent plus modérées à tout moment (entre 36 et 23 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ pour le formaldéhyde). A 7 jours d'essai, les émissions du MDF brut en acétaldéhyde et acroléine-acétone sont si faibles, qu'elles sont difficilement dissociables d'une pollution extérieure (l'air de la pièce d'essai n'étant pas totalement pur). Nous pouvons donc confirmer que le MDF utilisé dans cet essai est assez âgé.

Par ailleurs, la forte émission d'acroléine-acétone en début de conditionnement est surprenante compte-tenu du fait qu'elle diminue très rapidement, jusqu'à être inférieure à la concentration trouvée pour le blanc (cf. Annexe BB1). Cette variabilité peut être expliquée en partie par la pollution des cartouches par l'air de l'enceinte.

NB : L'acétone et l'acroléine ne peuvent être séparées dans nos conditions analytiques. C'est la raison pour laquelle dans cette étude, nous raisonnons sur le couple de composés.

• Détermination et dosage des COV en GC-MS :

Les tableaux des émissions à 3 et 7 jours d'essai sont présentés en Annexe BB2. Tous les composés trouvés sont en concentration négligeable. En ce qui concerne le toluène, qui pollue l'air de la chambre d'essai d'émission lors du prélèvement du blanc, il est présent en quantité négligeable et cette concentration diminue en fonction du temps (cf. Annexe BB3).

Pour conclure, nous pouvons dire que le MDF brut choisi pour notre étude ne dégage quasiment pas de COV. Il aurait finalement été plus judicieux de prendre un MDF « frais », mais il est difficile de connaître exactement les dates de fabrication étant donné que nous commandons les panneaux par l'intermédiaire d'un négociant en matériaux.

III.1.2 Comparaison des émissions polluantes des différents systèmes MDF-finition

Les émissions de référence sont celles du MDF brut. Tous les systèmes de finitions sont comparés à épaisseur constante de feuillet, c'est-à-dire 100 μm .

• Emissions en COV totaux et en CH_4 :

La teneur en COV totaux de l'analyseur en temps réel donne durant la semaine d'analyse un ordre d'idée des émissions attendues. Le suivi de la teneur en COV totaux des trois systèmes de finitions sur le MDF brut est présenté sur la Figure 123. Les teneurs en CH_4 ne sont pas représentées car toujours égales à 2 ppm.

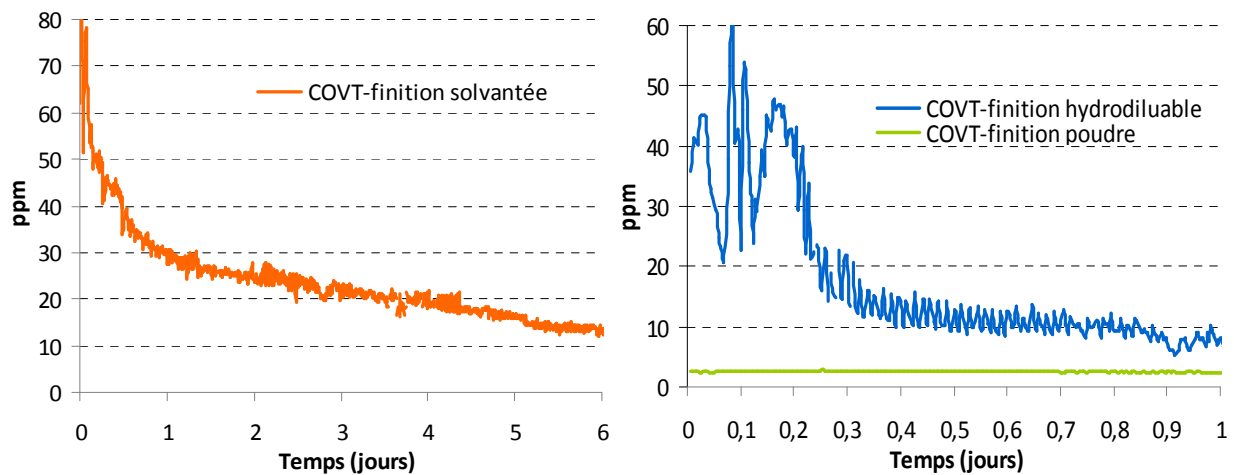


Figure 123: Teneur en COV totaux de l'air de l'enceinte avec différents systèmes MDF-finition

Pour la finition en phase solvant, à l'instant initial, le dégagement de COV totaux s'élève à 53 ppm, puis on observe une augmentation immédiate de cette concentration jusqu'à 80 ppm sur les 3èmes heures d'essai. Ensuite, nous constatons une baisse assez rapide et constante des polluants dans l'air, mais ce taux reste tout de même élevé au bout de 7 jours d'essai puisque les COV totaux représentent 14 ppm environ.

En ce qui concerne la finition hydrodiluable, l'émission maximale est également atteinte autour de 3h d'essai et représente un taux de 60 ppm environ en COV totaux. Ce système émet donc moins de polluants que le système avec la finition solvantée. Les émissions se stabilisent à 40 ppm, puis on note une baisse rapide au cours du temps pour atteindre environ 10 ppm au bout d'une journée d'essai.

Pour la finition poudre, les émissions initiales de COV totaux s'élèvent à 2,5-2,8 ppm, c'est-à-dire égales au taux normal de pollution de l'air d'essai. Le système MDF-poudre n'émet donc a priori aucun COV.

• **Détermination et dosage des aldéhydes en HPLC :**

Dans les trois systèmes MDF-finition étudiés, les quatre espèces carbonylées considérées jusqu'ici, formaldéhyde, acétaldéhyde et acroléine-acétone sont toujours émises. De plus, d'autres composés sont présents pour certaines finitions, notamment la 2-butanone pour les deux finitions liquides et le propionaldéhyde pour les finitions poudre et hydrodiluable (proportions cependant différentes).

Les tableaux généraux des résultats se trouvent en Annexe BB4.

• **Emissions en formaldéhyde :**

Les émissions en formaldéhyde des différents systèmes étudiés sont présentées sur la Figure 124.

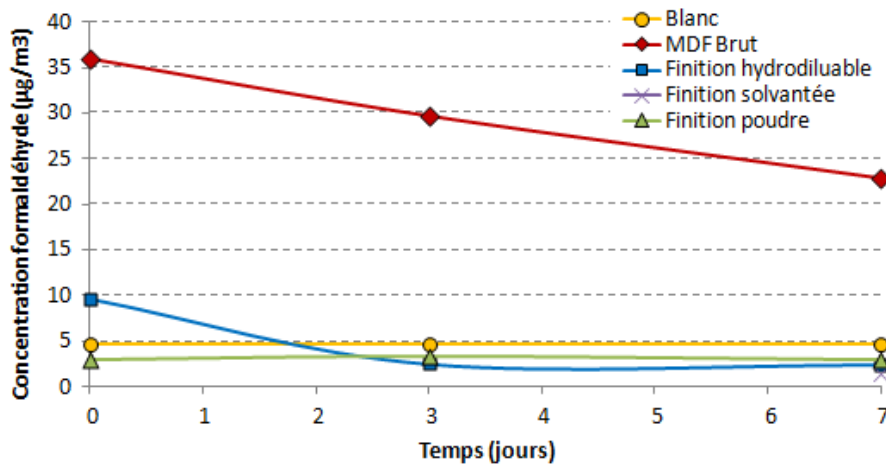


Figure 124: Comparaison des émissions de formaldéhyde selon le système MDF-finition

La première information donnée par le graphique est que toutes les finitions étudiées bloquent les émissions de formaldéhyde du MDF puisque toutes les émissions sont inférieures à celles du MDF brut. Les performances de la finition poudre et de la finition en phase solvant (un seul point à 7 jours) sont équivalentes en termes de barrière avec une épaisseur de finition équivalente (c'est-à-dire une couche de finition poudre, contre 7 couches de finition liquide).

Au bout d'une heure (premier point sur la figure), apparemment la finition hydrodiluable laisse passer du formaldéhyde à hauteur de $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Par contre, les émissions de formaldéhyde de la finition en phase solvant sont décelables à l'analyse HPLC uniquement pour le prélèvement effectué à 7 jours d'essai (1 seul point présenté sur la figure, proche de $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$). Cela nous permet d'affirmer que la concentration dans l'air trouvée est bien une pollution et non pas une émission spontanée de la finition. Aussi, les émissions diminuent rapidement pour se confondre aux valeurs du prélèvement à blanc, autrement dit à une émission nulle. Il aurait été moins surprenant que les valeurs d'émission soient constantes, ainsi la finition en phase aqueuse aurait le même rôle de barrière que les autres finitions. Cette valeur est donc considérée comme aberrante car il est difficilement concevable que la finition hydrodiluable joue un rôle différent au cours du temps.

• **Emissions en acétaldéhyde :**

La Figure 125 présente les émissions en acétaldéhyde au cours du temps pour les différents systèmes MDF-finition.

La finition solvant n'émet pas d'acétaldéhyde puisque les concentrations dans l'air trouvées sont semblables à celle du prélèvement à blanc (entre 2 et $4 \mu\text{g}/\text{m}^3$). Là encore, pour la finition hydrodiluable, la concentration trouvée pour le premier prélèvement semble aberrante ($15 \mu\text{g}/\text{m}^3$) et nous pouvons considérer qu'elle n'émet pas d'acétaldéhyde. Notons qu'à des concentrations aussi faibles, la précision de l'HPLC n'est pas très bonne.

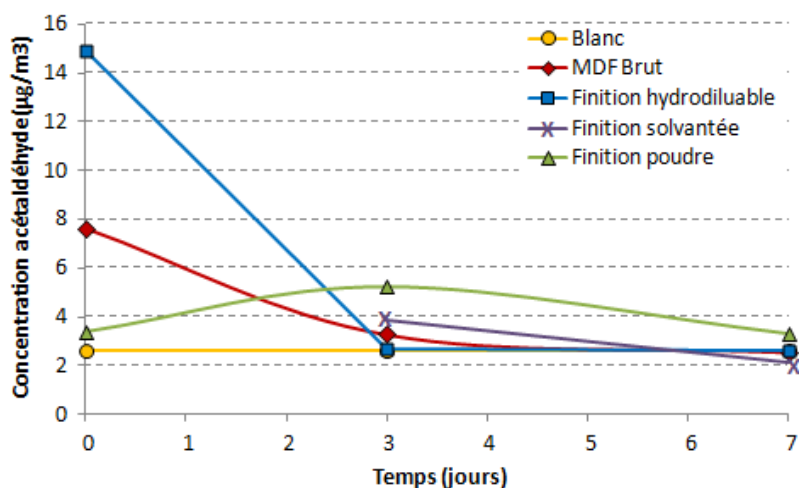


Figure 125: Comparaison des émissions en acétaldéhyde selon le système MDF-finition

La finition poudre, bien qu'apparemment émettrice d'acétaldéhyde à la vue du graphique (autour de $4 \mu\text{g}/\text{m}^3$), ne doit sans doute pas l'être. Une simple pollution avant le conditionnement des éprouvettes dans la chambre a pu être responsable du léger décalage entre les concentrations référence du blanc et les concentrations trouvées pour la poudre.

Quoi qu'il en soit, les teneurs mesurées sont trop faibles pour conclure et restent dans le domaine de l'erreur expérimentale. Ainsi, l'étude de l'acétaldéhyde revient finalement à l'étude d'une pollution de l'air d'essai (normalement pur) puisque ni le MDF ni les finitions n'en émettent.

• Emissions en acroléine-acétone :

Les émissions en acroléine-acétone au cours du temps sont montrées sur la Figure 126.

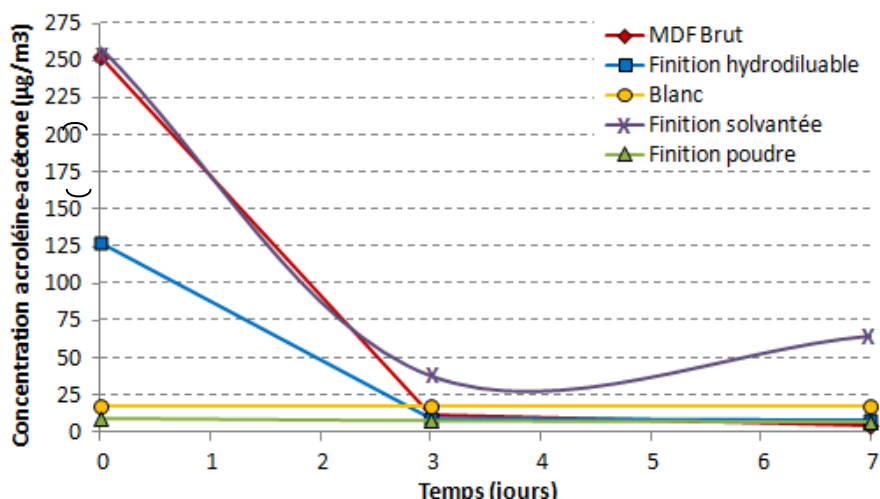


Figure 126: Comparaison des émissions en acroléine-acétone selon le système MDF-finition

Les finitions hydrodiluable et en phase solvant semblent être des émetteurs d'acroléine-acétone juste après séchage de la finition (respectivement 250 et $235 \mu\text{g}/\text{m}^3$), mais les émissions chutent à 35 et $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en 3 jours. La finition poudre, elle, n'émet absolument pas d'acroléine-acétone.

Comparons les émissions des systèmes MDF/finitions liquides à celles préconisées par l'INERIS ^[275] (Institut National de l'Environnement Industriel et des RISques), à savoir pour l'acétone, une VLE (valeur limite d'exposition : concentration dans l'atmosphère au-delà de laquelle une exposition de courte durée présente un risque pour la santé humaine ou la dégradation de l'environnement) et une VME (valeur moyenne d'exposition : concentration maximale admissible dans l'air du lieu de travail où le travailleur est amené à travailler une journée entière) de 2420 et 1210 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ respectivement (cf. Annexe BB5). Les émissions des deux finitions liquides sont beaucoup plus faibles (250 $\mu\text{g}/\text{m}^3$). En revanche, si on considère que l'émission est uniquement constituée d'acroléine, la VLE pour ce composé de 0,25 mg/m^3 est atteinte.

Si le MDF est effectivement émetteur de ce type de polluant, la finition poudre jouerait alors un rôle de barrière à l'acétone-acroléine. Par ailleurs, on constate que le système MDF-finition solvant émet autant que le MDF brut, ce qui veut dire que la finition en phase solvant laisse passer les émissions en acroléine et acétone du MDF.

• **Autres émissions en aldéhyde et cétone :**

Les émissions en 2-butanone pour les finitions liquides et en propionaldéhyde pour la finition hydrodiluable et la finition poudre au cours du temps sont présentées sur la Figure 127.

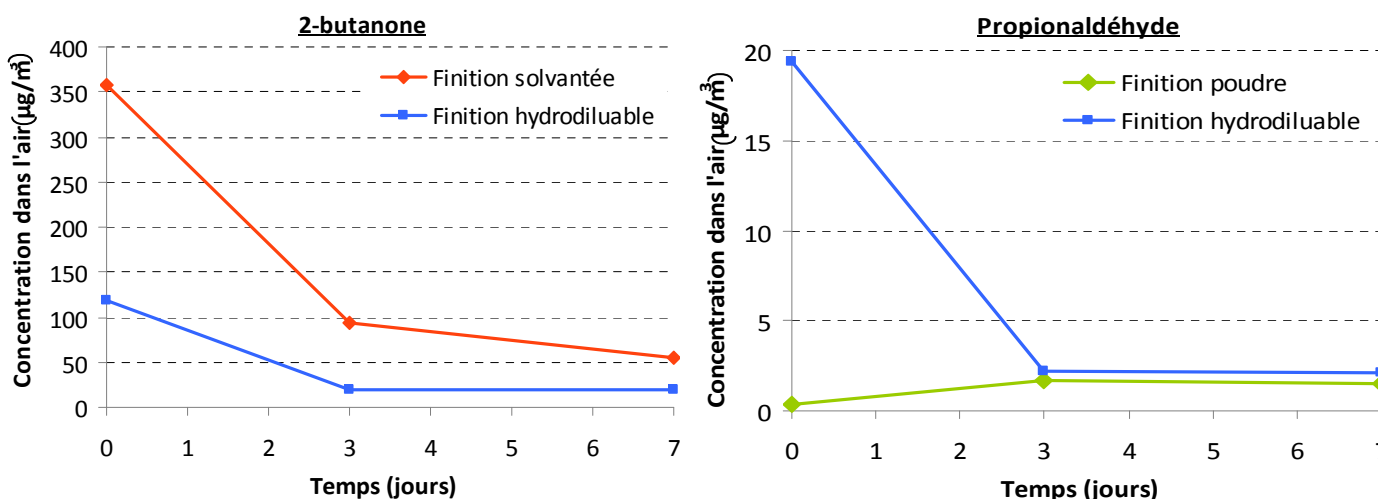


Figure 127: Emissions de 2-butanone et propionaldéhyde selon le système MDF-finition

Les deux finitions liquides émettent fortement de la 2-butanone juste après leur application et séchage, mais en proportions différentes cependant. Ces émissions diminuent et se stabilisent rapidement au cours du temps mais restent importantes pour la finition en phase solvant à la fin de la semaine d'essai (50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Nous pouvons comparer les émissions des finitions liquides à celles préconisées par l'INERIS. Pour la 2-butanone, les VLE et VME sont de 900 et 600 mg/m^3 (cf. Annexe BB5).

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

Pour les deux finitions liquides, les émissions maximales sont largement inférieures : respectivement $350 \mu\text{g}/\text{m}^3$ et $150 \mu\text{g}/\text{m}^3$ pour la finition en phase solvant et celle en phase aqueuse.

La finition en phase aqueuse émet instantanément du propionaldéhyde après séchage de la finition, mais cette émission ne dure que peu de temps ($20 \mu\text{g}/\text{m}^3$ au bout d'1 heure, $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ au bout de 4 jours). La finition poudre, quant à elle, ne semble pas avoir émis de propionaldéhyde. Les valeurs de concentrations étant constantes, cela semble être davantage une pollution de l'enceinte de prélèvement.

• Détermination et dosage des COV par GC-MS :

L'étude a montré que le MDF n'émet pas de COV. L'étude qui suit est donc focalisée sur l'impact environnemental des finitions à proprement parler. En fonction de la nature de la finition et donc de sa composition chimique, les COV émis ne sont pas les mêmes. Les émissions des finitions en phase solvant et hydrodiluable sont prévisibles grâce aux fiches techniques propres à chacune. Les produits attendus sont récapitulés dans l'Annexe BB6. Cependant, il n'est pas certain que tous les composés soient retrouvés à l'analyse car certains d'entre eux peuvent s'évaporer instantanément lors de l'application de la finition. Il est également possible que les COV émis par chacune des finitions liquides aient pollué l'autre durant le séchage car les éprouvettes ont été appliquées et mises à sécher côte à côte.

Les résultats de l'analyse sont présentés en Annexe BB7, Annexe BB8 et Annexe BB9.

• Quantification des émissions de la finition en phase solvant :

La Figure 128 montre les émissions de COV de la finition en phase solvant au cours du temps d'essai.

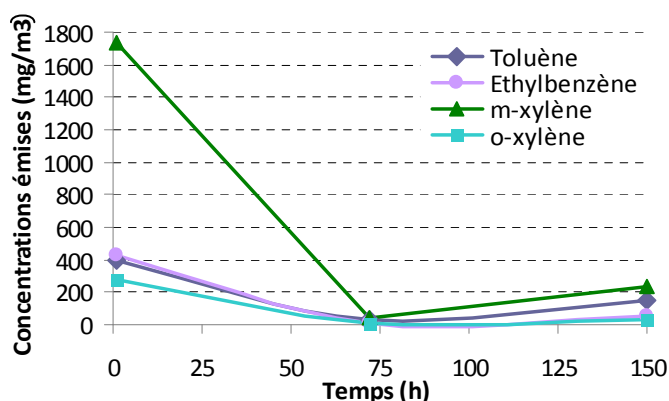


Figure 128: Suivi des émissions en COV du système MDF-finition solvant au cours du temps

Cette finition dégage en majorité du toluène, de l'éthylbenzène et des xylènes. Ce graphique nous montre que les émissions en COV sont très importantes au début (1h): entre

270 et 1740 mg/m³), ce qui est supérieur aux seuils de l'INERIS (cf. Annexe BB5). Ces émissions diminuent ensuite très rapidement au cours des 3 premiers jours d'essai. Donc globalement, les émissions sont réellement dangereuses le premier jour après l'application.

Les émissions à 7 jours sont supérieures à celles de 3 jours, mais il faut certainement incriminer une baisse à 3 jours, puis une réaugmentation de l'humidité relative dans l'enceinte, qui a probablement modifié le dégagement de polluants.

• Quantification des émissions de la finition en phase aqueuse :

Les émissions de COV de la finition en phase aqueuse en fonction du temps sont présentées sur la Figure 129.

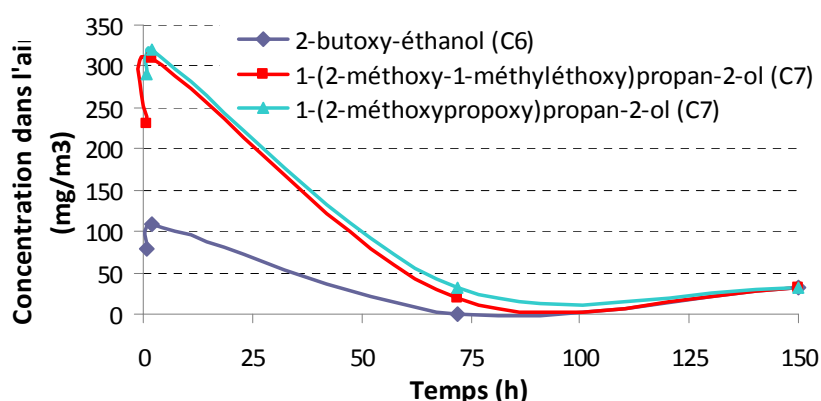


Figure 129: Suivi des émissions en COV du système MDF-finition hydrodiluable au cours du temps

Aucune autre molécule que celles présentées dans le graphique n'est émise par la finition hydrodiluable. Nous pouvons noter qu'elle émet davantage d'alcool en C7 qu'en C6.

Par exemple, pour le 1-(2-méthoxy-1-méthyléthoxy) propan-2-ol, la VME est donnée à 308 mg/m³, soit environ l'émission maximale atteinte au bout de 2 h d'essai. Par contre, au bout de 3 jours, les émissions sont vraiment restreintes et en dessous du seuil.

• Quantification des émissions de la finition poudre et comparaison avec les autres finitions :

La Figure 130 présente les émissions de COV des différents systèmes MDF/finition à 1 jour d'essai et du MDF seul à 3 jours.

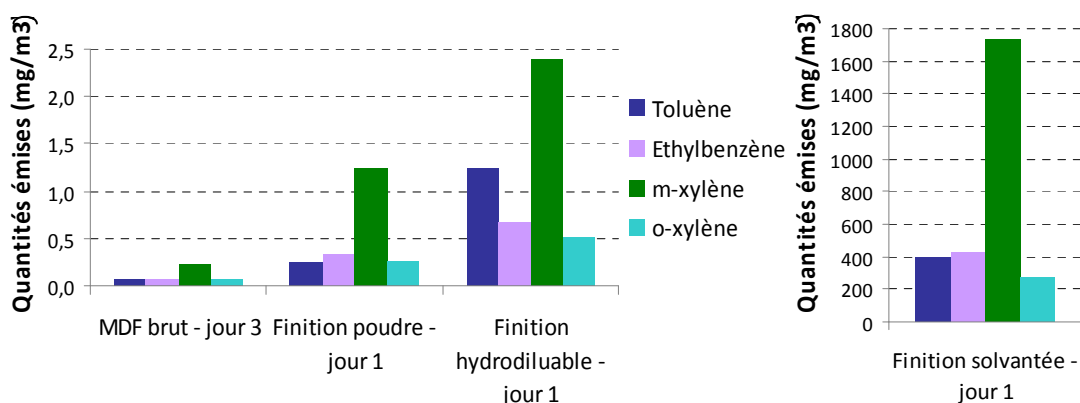


Figure 130: Emissions en COV des différents systèmes MDF-finition au cours du temps

Globalement, l'analyse GC-MS ne révèle que des traces, des pollutions dans l'air de l'enceinte. Ainsi, la finition poudre qui n'émettait déjà aucun composé carbonylé, n'émet pas d'autres COV (dans la limite de détection des appareils de mesure, soit un maximum de 0,35 mg/m³ pour l'éthylbenzène). Le polluant essentiel de la finition poudre semble être le m-xylène (pour les autres finitions aussi).

Le graphique montre l'importance et l'intensité des émissions en COV de la finition solvantée (environ 1750 mg/m³ de m-xylène et 400 mg/m³ de toluène et éthylbenzène). Elles sont largement réduites pour les autres systèmes et le MDF brut, voire inexistantes.

En conclusion de cette partie sur les émissions en COV des systèmes MDF-finition, nous pouvons rappeler que :

- la finition en phase solvant émet de nombreux COV en très fortes quantités parfois supérieures aux seuils fixés par l'INERIS avec nos conditions d'application (7 couches),
- la finition hydrodiluable émet également des COV mais de nature différente et en quantités moindres, au maximum égales à la VME donnée par l'INERIS,
- dans les deux cas, les émissions sont maximales peu de temps après l'application de la finition et sont très rapidement réduites au cours du temps (quelques heures),
- les finitions poudres n'émettent absolument aucun COV.

III.1.3 Conclusions sur l'impact des finitions poudres sur la qualité de l'air

Comme il a été montré précédemment, la finition poudre jouerait effectivement un rôle de barrière dans les émissions de formaldéhyde du MDF. Cependant, les autres finitions pourraient également avoir cette propriété avec les conditions d'application choisies pour nos essais, comme le confirme la Figure 131.

Finalement, ces résultats peuvent s'expliquer par la structure des vernis choisis qui sont non poreux et la forte épaisseur de finition appliquée, surtout pour les finitions liquides. Dans la réalité, une épaisseur de 100 µm est rarement atteinte pour les finitions liquides. Pour

l'atteindre, nous avons appliqué 7 couches de finition alors que les fiches techniques n'en préconisent que deux. Dans ce cas, l'effet barrière pourrait être réduit et il faudrait le vérifier avec des épaisseurs plus faibles.

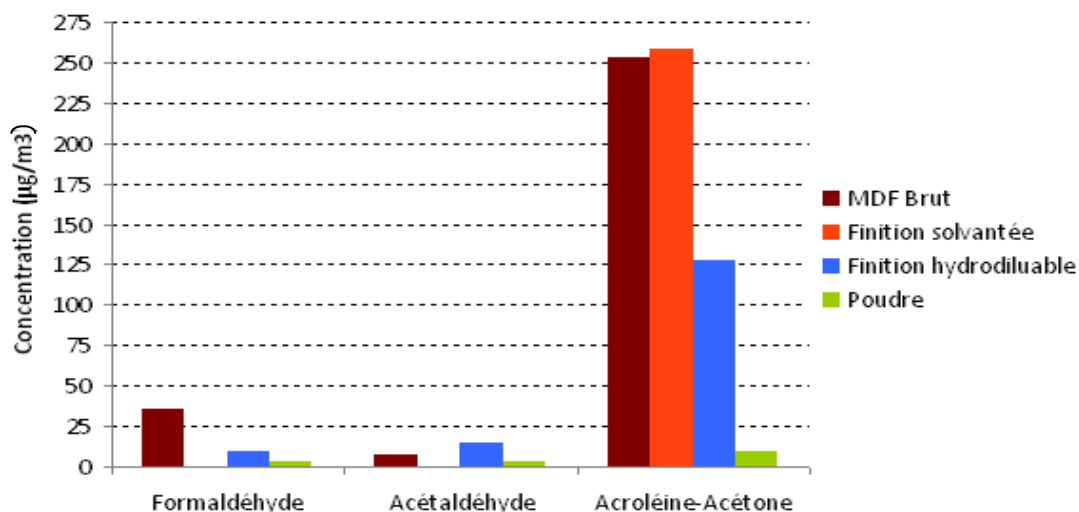


Figure 131: Emissions comparatives de composés carbonyles des systèmes de finition à 1h d'essai

En revanche, le solvant émet de lui-même de l'acroléine-acétone, ce qui est à prendre en compte dans les émissions de COV totaux de la finition.

En extérieur, ce rôle de barrière se dégraderait au fil du temps, par la détérioration de la finition par l'eau et la lumière. Néanmoins, dans notre cas, la finition liquide est tellement épaisse qu'il serait surprenant de voir l'effet barrière s'amoinrir.

Enfin, notons que les finitions hydrodiluable et en phase solvant, si elles empêchent bien la sortie du formaldéhyde du MDF, relâchent tout de même des COV qu'elles contiennent elles-mêmes dans l'air. Seule la finition poudre ne relâche pas d'aldéhyde ni de COV et a un impact environnemental nul après application.

III.2 Traitement corona des finitions avant "greffage" de particules en surface

La finition est activée par décharge corona, technique qui a été privilégiée comme une technique d'activation propre, comparativement à une activation par voie chimique, qui ne serait pas forcément cohérente avec le procédé sur lequel nous travaillons et qui tente de prévaloir un respect de l'environnement.

III.2.1 Mouillabilité des finitions poudres sans traitement corona

Une première série de mesures d'angle de contact avec une goutte d'eau sur les substrats bois bruts et sur les finitions (Interpon rouge 100LB lisse mat, 700LB brun grainé, blanc 340UV grainé, vernis 340UV grainé, blanc 640UV lisse brillant, vernis 640UV lisse satiné) ont donné les résultats présentés sur la Figure 132.

Il semblerait que pour les matériaux à base de bois, le substrat le moins mouillable soit le multipli de bouleau, suivi par le MDF et les placages de bois. Mais ceci peut également être dû au fait que chacun de ces substrats n'a pas le même état de surface et n'a pas subi le même taux de ponçage.

Dans la totalité des cas, la finition brute est moyennement mouillable. En effet, l'angle de contact entre la goutte d'eau et la surface de la finition est compris entre 60 et 100° suivant les résines et les substrats. Ceci est dû au fait que la plupart des matériaux polymères ont une faible énergie de surface.

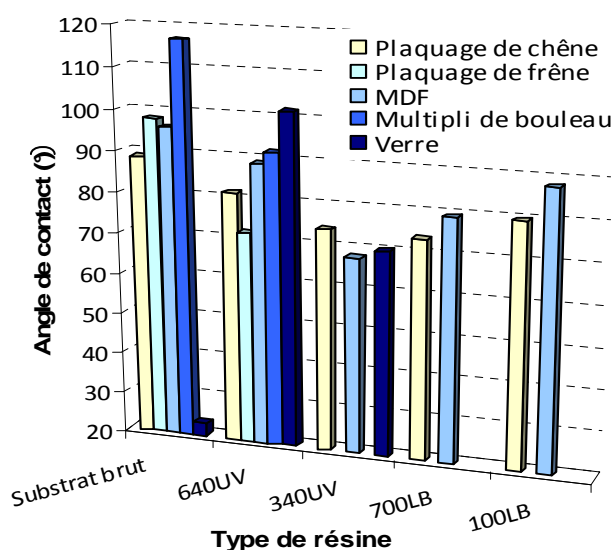


Figure 132: Mouillabilité des substrats bruts et des différentes finitions poudres testées

La finition a tendance à suivre le relief du substrat sur lequel elle se trouve. Ce comportement a été vérifié par une observation en microscopie électronique à balayage (MEB). Les clichés réalisés (Figure 133) montrent que la finition n'est pas lisse en surface mais qu'elle suit le relief du substrat, qu'elle s'amincit, se fissure et parfois devient discontinue là où il y a des vaisseaux.

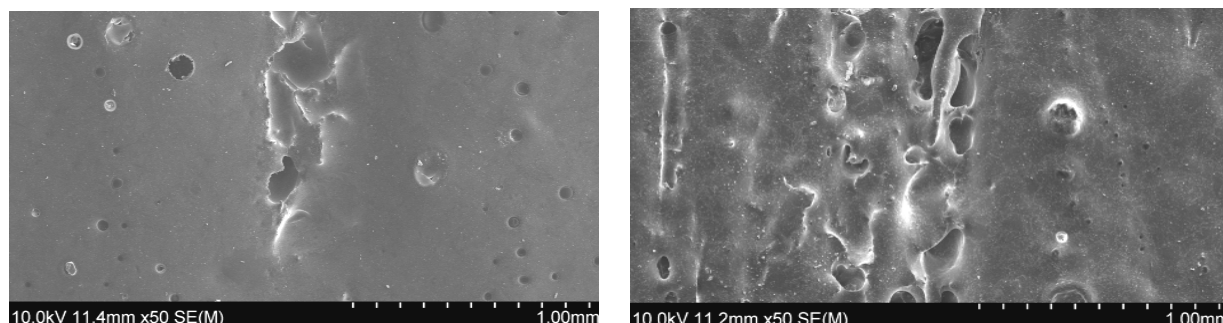


Figure 133: Clichés d'une finition poudre sur du placage de chêne observée au MEB

Aussi d'après la Figure 132, l'hydrophobicité des finitions se ferait-elle selon le classement décroissant : résine uréthane acrylate-polyester (640UV), suivie par la résine époxy

pure (100LB), l'hybride polyester-époxy (700LB) et enfin la résine polyester insaturé (340UV). La nature de la résine influence donc la tension de surface de la finition.

Dans ce phénomène, il faut aussi tenir compte de la manière dont la résine est polymérisée. En effet, les résines à polymérisation UV ont tendance à avoir une rugosité de surface plus faible que celles réticulant sous rayonnement IR. Leur rendu est meilleur et leur tension de surface doit normalement être supérieure.

III.2.2 Effet du traitement corona sur la mouillabilité des finitions poudres

Vu l'assez grande tension de surface des finitions poudres, pour obtenir une meilleure adhérence sur ces polymères, il est peut être nécessaire d'augmenter leur énergie de surface.

La mouillabilité des finitions est améliorée après décharge corona, même pour un temps court de traitement. La Figure 134 témoigne de ce phénomène pour l'ensemble des résines présentes dans les finitions poudres étudiées. Nous voyons que plus la durée de traitement est longue, plus l'angle de contact est bas, avec une stabilisation entre 20 et 30 minutes pour la majorité des résines, l'essentiel de l'effet étant obtenu au bout de 5 minutes.

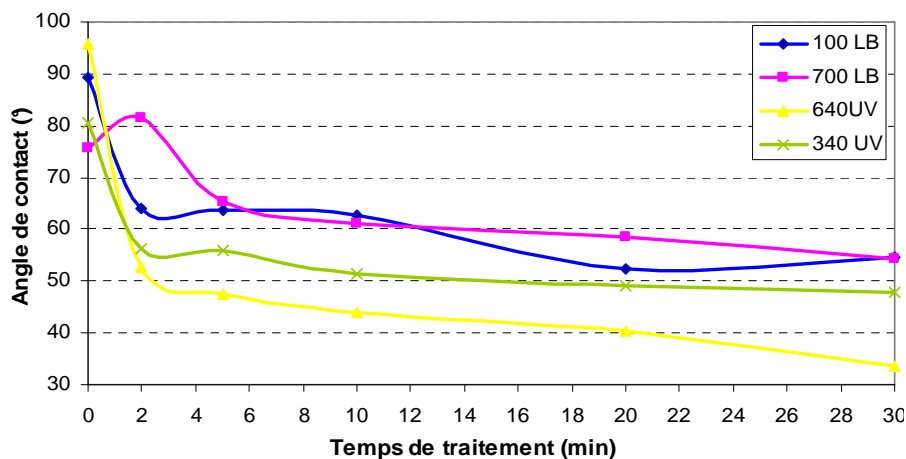


Figure 134: Evolution de θ des finitions en fonction du temps de traitement corona (15 kV)

III.2.3 Impact du traitement corona sur la chimie de surface des finitions poudres

• Modification chimique de surface :

La modification de la composition chimique superficielle des finitions après traitement corona a été mise en évidence par une étude en XPS sur des échantillons de finitions poudres polymérisées sur du placage de hêtre (poudres blanches *Interpon 700LB* et *640UV*) ayant subi un temps variable de traitement corona. On obtient des spectres globaux présentant différents pics relatifs à l'oxygène, le carbone, l'azote qui ont été soumis à déconvolution (permet de statuer de l'implication des atomes dans différents types de liaisons). On s'est dans un premier temps plus particulièrement intéressé aux variations du rapport O/C (Figure 135).

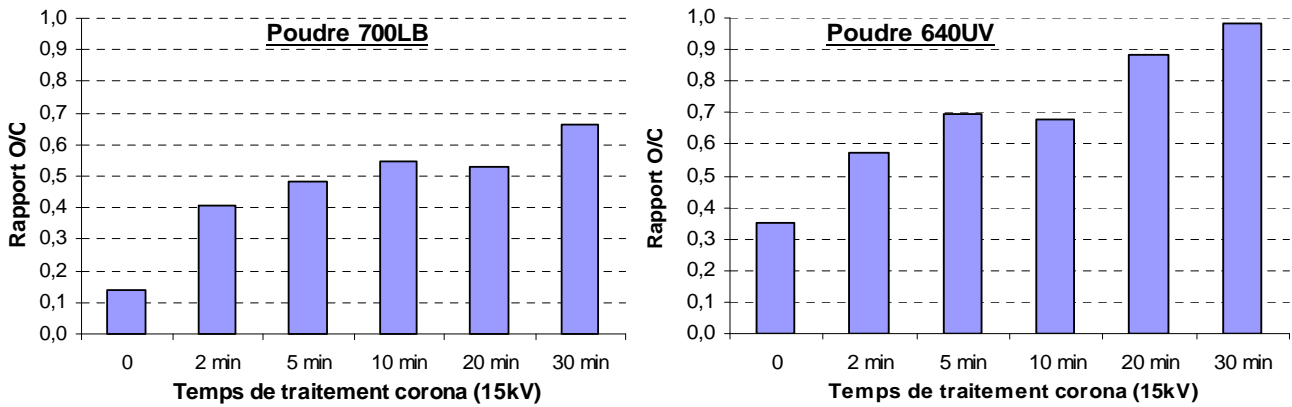


Figure 135: Evolution du rapport O/C en surface de poudres 700LB et 640UV blanches

Le rapport O/C augmente effectivement avec le temps de traitement corona. On note, par ailleurs, que pour un traitement de 30 minutes, ce rapport O/C a plus augmenté pour la poudre 700LB que pour la poudre 640UV (respectivement multiplié par 4,1 et par 2,8). Cela signifie donc que le traitement corona a plus d'effet sur une poudre à résine polyester-époxy que sur une résine uréthane-acrylate/polyester, la dernière contenant davantage d'oxygène à l'état initial.

Ensuite, à partir de la déconvolution des pics obtenus, nous avons reporté sur un graphique l'évolution des pourcentages massiques des principales liaisons de surface des poudres selon le temps de traitement corona (Figure 136).

D'une manière générale, l'étude en XPS montre que le traitement corona conduit à la rupture des liaisons C-C et C-H en surface et à une oxydation partielle des finitions poudres. Nous remarquons également qu'au-delà de 10-15 minutes de traitement, il y a des variations significatives dans les différentes contributions mettant en jeu l'oxygène et le carbone. Les réactions qui se produisent sont certainement complexes et des chercheurs ont pu mettre en évidence qu'un traitement corona appliqué à de fortes tensions ou pendant une durée d'exposition longue peut conduire à l'ablation en surface de molécules de faibles masses moléculaires comme le CO₂ [276].

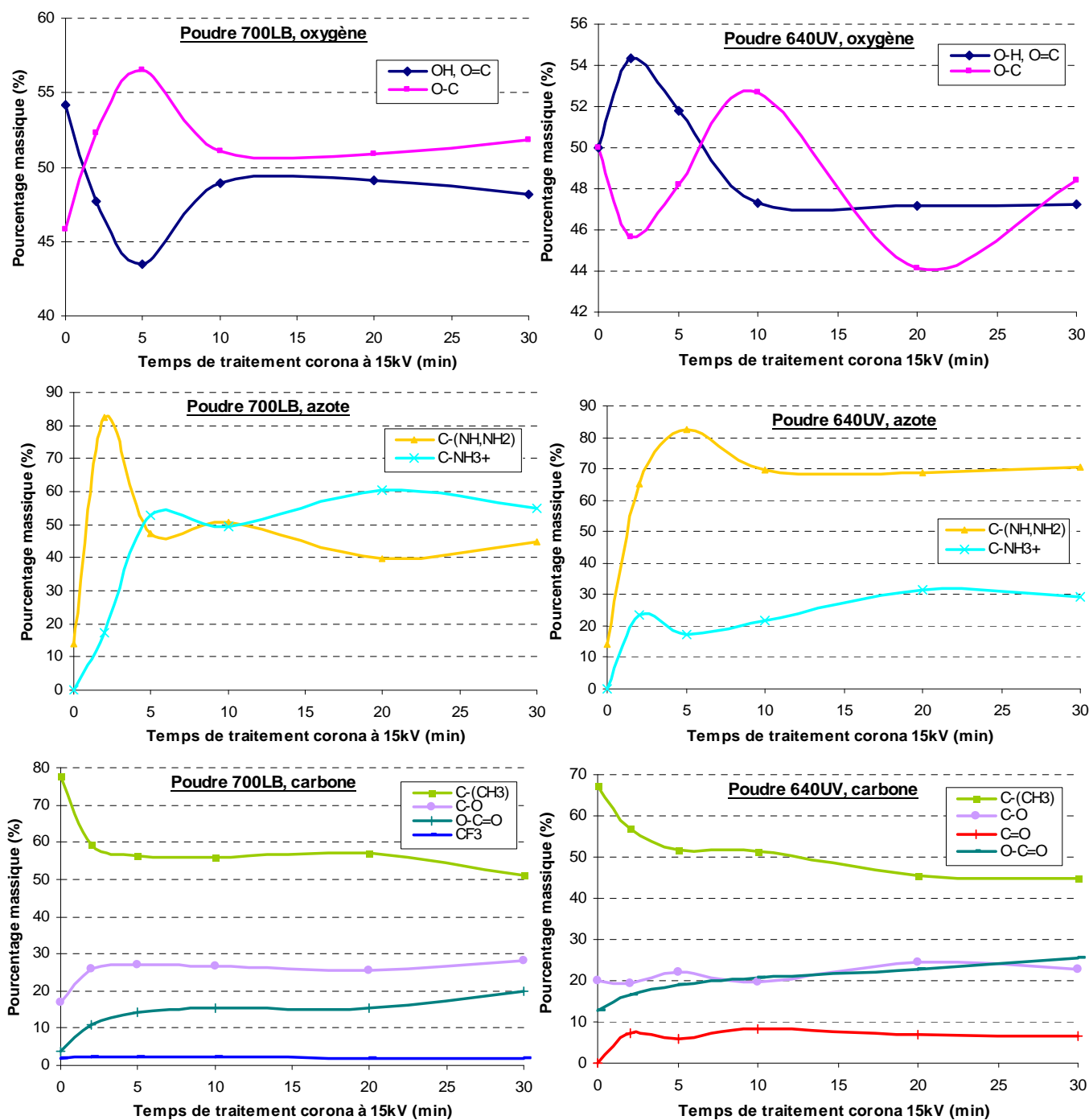


Figure 136: Evolution des pourcentages massiques des liaisons de surface principales de poudres 700LB et 640UV en fonction du temps de traitement corona

• **Formation de radicaux libres :**

Des essais menés conformément à la procédure au DPPH décrite précédemment ont été menés pour déterminer si le traitement sous décharge couronne était susceptible de générer des radicaux sur les finitions.

• **Présence de radicaux libres :**

Les spectres UV obtenus pour les trois poudres étudiées sont présentés sur la Figure 137.

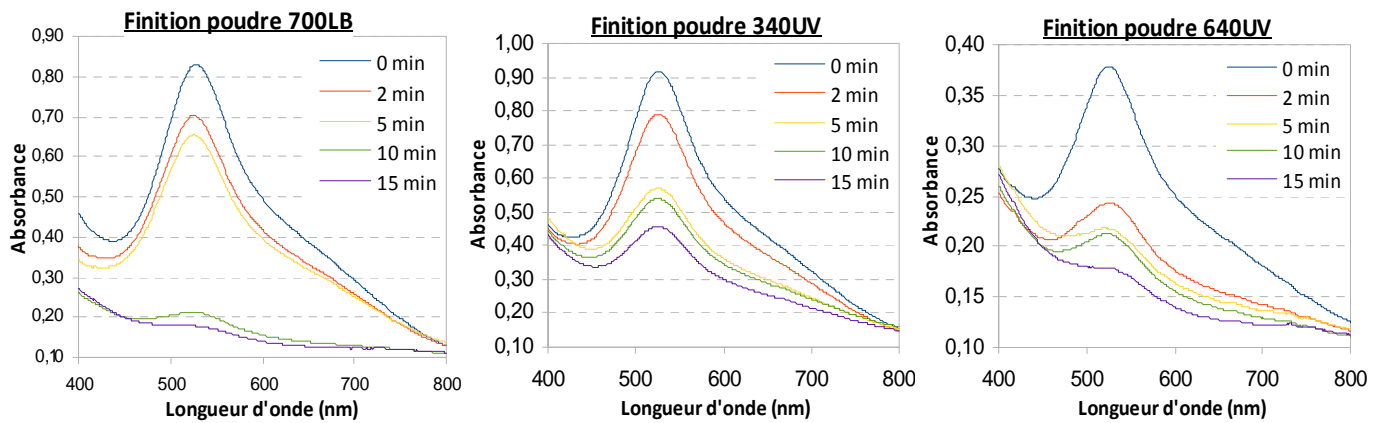


Figure 137: Evolution de l'absorbance de la solution de DPPH après 5 minutes de contact avec les finitions poudres traitées corona pendant différents temps

La poudre uréthane-acrylate/polyester (640UV) doit très certainement beaucoup plus réagir que les deux autres résines pour lesquelles les absorbances de départ sont similaires. Ceci est sans doute à attribuer aux fonctions acrylates qui contiennent des doubles liaisons conjuguées pouvant se délocaliser même sans traitement corona.

Dans le cas de la résine époxy-polyester (700LB), on observe une forte production de radicaux libres dès que le temps de traitement excède 5 minutes puisque après 10 minutes de traitement et au-delà, l'absorbance de la solution récupérée est très faible, ce qui montre la quasi disparition du DPPH.

Dans le cas de la résine polyester insaturé (340UV), l'allure des spectres donne l'impression que la concentration en radicaux libres augmente régulièrement avec le temps de traitement et que l'absorbance peut encore diminuer avec un temps de traitement plus important (le nombre de radicaux libres formés en surface de la finition pourrait augmenter avec un traitement corona plus long).

Enfin, s'agissant de la résine 640UV, il apparaît que les radicaux libres se forment très rapidement et que par la suite, l'absorbance change assez faiblement pour chaque temps de traitement corona, ce qui laisse envisager, non pas que le traitement est inefficace, mais que la solution de DPPH n'est pas assez concentrée pour piéger la totalité des radicaux formés.

A partir des absorbances obtenues, nous calculons la concentration des radicaux libres DPPH restants. Elle est reportée sur un graphique en fonction du temps de traitement pour approcher la cinétique de disparition des radicaux libres (Figure 138).

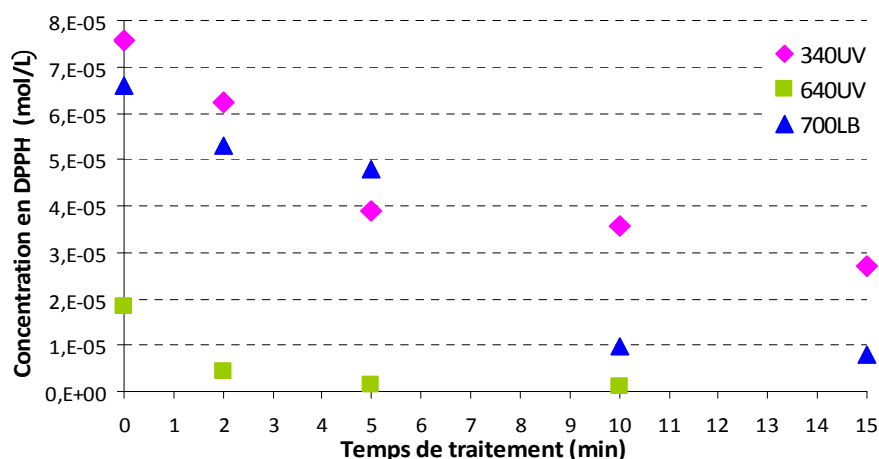


Figure 138: Cinétique de recombinaison des radicaux DPPH en fonction du temps de traitement corona

Pour les 3 finitions, la concentration des radicaux DPPH décroît rapidement dans les premières minutes de traitement puis tend à se stabiliser entre 5 et 10 minutes pour les finitions UV et plutôt au-delà de 10 minutes pour la 700LB. Les différences physiques (par exemple la rugosité via la structuration) et chimiques (nature des résines) propres à chacune des finitions pourraient justifier les différences de comportement ainsi observées.

NB : Dans cette étude, le but n'était pas de calculer de manière précise la concentration en radicaux libres. Nous ne l'avons pas complétée par des essais faisant varier la concentration en DPPH et le temps de contact entre la solution et les finitions traitées.

• **Durée de vie des radicaux libres :**

Dans l'optique d'adapter le traitement corona dans une dimension industrielle, il est intéressant de savoir combien de temps, la surface ainsi traitée reste réactive. Pour cela, nous avons réalisé une 1^{ère} série d'expériences similaires à celles présentées précédemment. Des échantillons poudrés ont été soumis à la décharge corona de 15 kV pendant 10 minutes, puis nous avons fait varier le temps qui précède l'application de la solution de DPPH de 15 s à 24h.

Les résultats sont donnés en Annexes CC1 et CC2 et ne figurent pas dans ce paragraphe car il est difficile d'observer une tendance. On s'attendrait à voir l'absorbance augmenter lorsque la quantité de radicaux libres diminue et donc vraisemblablement lorsque le temps d'attente augmente. Mais ce n'est pas le cas. Il semble donc qu'il y ait oxydation des radicaux pendant le vieillissement des éprouvettes. Cependant, une information ressort de ces essais : il reste des radicaux libres capables de réagir avec le DPPH, même au bout de 24h d'attente, puisqu'on visualise bien une baisse d'absorbance.

Pour la suite des expérimentations, nous avons procédé à un "greffage" immédiat après l'arrêt du traitement corona, c'est-à-dire dans les 15 s.

III.2.4 Impact physique du traitement corona sur les finitions poudres

• Modifications colorimétriques des finitions poudres :

Il s'avère, après observation des échantillons, que le bombardement de charge sur la surface provoque également une évolution du relief de la surface. Ceci est déjà visible à l'œil nu par un changement de couleur surtout sur la finition poudre rouge 100LB (résine époxy pure).

Nous voyons notamment sur la Figure 139 que la luminance L^* diminue d'abord pour un traitement corona court (2 min), puis augmente de manière progressive lorsque le temps de traitement se prolonge.

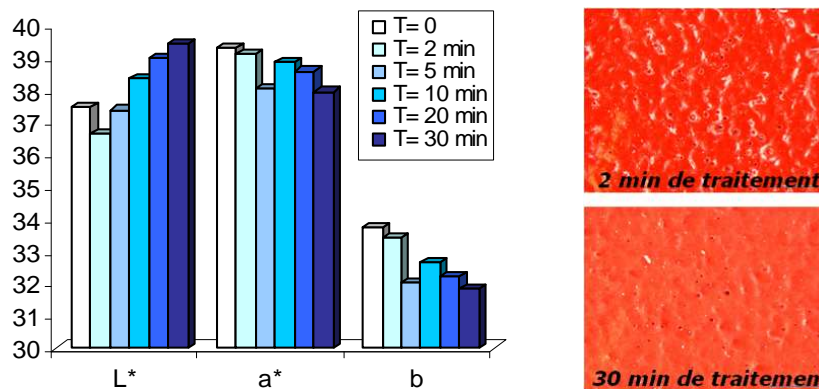


Figure 139: Evolution des paramètres de colorimétrie selon le modèle CIE $L^*a^*b^*$ de la finition poudre 100LB rouge en fonction du temps de traitement corona

• Modifications topographiques de la surface des finitions poudres :

Une étude complémentaire des échantillons par profilométrie a montré une modification de la topographie de surface avec le temps de traitement corona. Nous nous attendons à obtenir une finition avec une surface plus accidentée après traitement corona, puisqu'il s'agit d'un bombardement de charge qui doit endommager la surface. C'est en tout cas ce qui est couramment observé sur des matériaux fibreux naturels : le traitement corona a un effet « gravure » sur la surface des fibres et augmente notablement leur rugosité par ablation de molécules de faibles masses moléculaires créées suite à l'oxydation de la surface. Cette ablation déjà évoquée avant a été observée sur d'autres polymères ^{[277], [278]}.

Après traitement corona, la surface semble plus rugueuse, comme le montre la Figure 140. Pour la poudre composée de résine polyester (340UV), par exemple, nous voyons qu'avec un temps de traitement de 2 et 10 minutes, les éléments de rugosité sont plus fins alors qu'ils augmentent de taille à nouveau pour 30 minutes de traitement. Cela montre donc que l'évolution de la topographie de surface n'est pas forcément constante avec le temps de traitement corona.

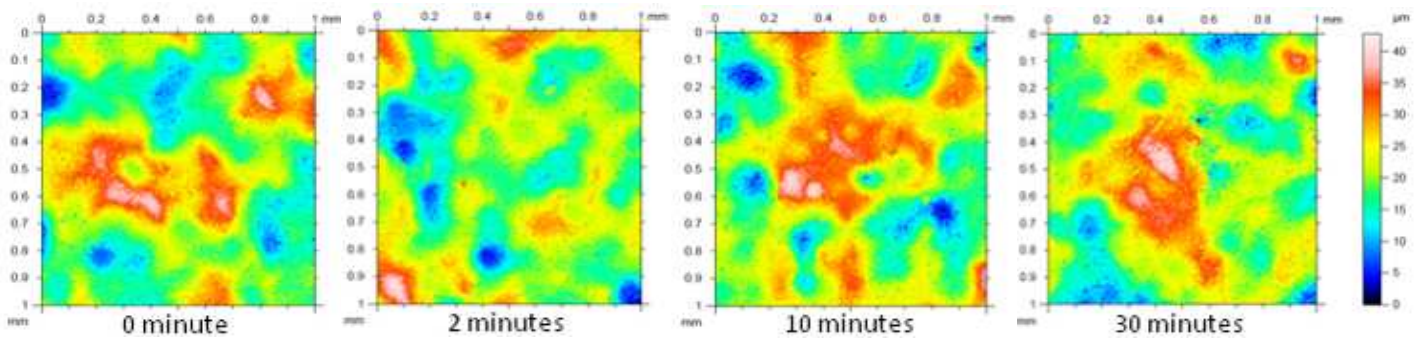


Figure 140: Evolution de la topographie de surface d'une poudre 340UV après traitement corona

En extrayant quelques paramètres de rugosité des profils de surface (Figure 141), nous observons une modification de la rugosité Ra ainsi que de la largeur moyenne des éléments RSm.

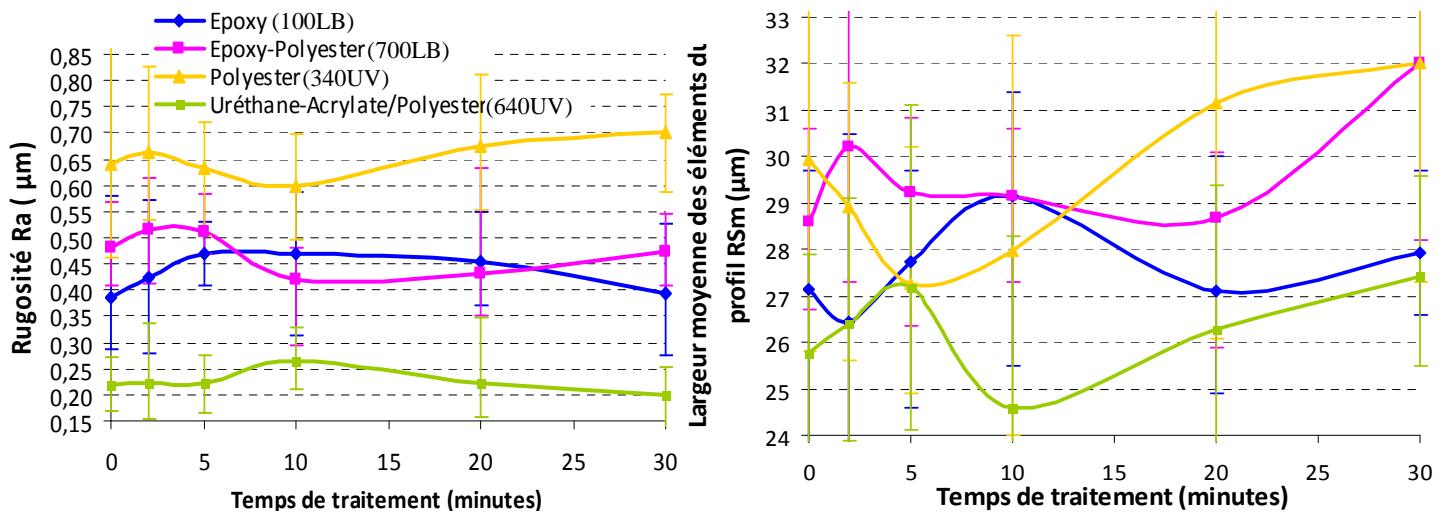


Figure 141: Evolution de Ra et RSm pour les 4 types de résines avec le temps de traitement corona

Concernant la rugosité Ra, on observe une phase d'augmentation dans les premières minutes du traitement, puis une diminution jusqu'à un niveau égal ou inférieur à l'état initial. Ceci est valable pour les 4 résines étudiées, mais pour la résine hybride époxy-polyester et la résine polyester pur, on remarque à nouveau une augmentation de Ra après 10 minutes de traitement.

En nous intéressant au paramètre de rugosité RSm, nous voyons que son évolution n'est pas constante. Nous constatons seulement qu'à 30 minutes de traitement, RSm est plus important qu'à l'état initial pour toutes les résines. Aussi y a-t-il une baisse de RSm au début du traitement corona (mais à des temps différents suivant les résines). Mais entre ces deux valeurs extrêmes, on observe des fluctuations, ce qui met en évidence que le traitement corona met en jeu des phénomènes de surface complexes.

Cependant, la variabilité des mesures pour chaque essai étant relativement importante, surtout pour RSm, ces résultats ne peuvent pas être pris en considération de façon absolue.

III.2.5 Conclusion et discussion sur le traitement corona

Nous avons vu que le traitement corona génère des radicaux libres en surface des finitions. Il est également responsable d'une modification chimique et morphologique ; l'angle de contact mesuré après traitement corona résulte de ces deux contributions ^[279]. Les groupements polaires rendent la surface beaucoup plus hydrophile. La goutte d'eau s'étale donc beaucoup plus sur la surface, ce qui engendre un abaissement de l'angle de contact.

A cause du bombardement de particules ionisées sur la surface, la rugosité en est légèrement augmentée. Pour une faible augmentation de Ra et pour des finitions poudres dont l'angle de contact intrinsèque est inférieur à 90°, selon la théorie de Wenzel, l'angle de contact doit diminuer. En effet, l'interface entre la finition et la goutte d'eau a une surface de contact un peu augmentée. Si l'augmentation de la rugosité était plus importante (pour des temps de traitement corona plus longs et plus intenses), cette interface prendrait alors une configuration composite dans lequel le liquide ne pénétrerait plus entièrement dans les creux de la surface car il se produirait un piégeage d'air, qui peut engendrer une morphologie de type feuille de lotus et donner une propriété d'hydrophobie à la finition. Il est également important de noter que d'une résine à une autre, la rugosité résultante du traitement corona peut présenter des hétérogénéités de distribution, de dimensions et de formes ^[280].

III.3 Caractérisation des films de finition

Remarque : Les clichés issus d'observation à la loupe binoculaire et de microscope optique présentés dans les paragraphes suivants ne peuvent pas être considérés comme une base très fiable de raisonnement car sont peu précis. Les interprétations qui en sont faites permettent seulement de dresser de grandes idées concernant l'étude réalisée et ne sont pas à considérer comme des conclusions définitives.

III.3.1 Dispersion des adsorbants dans la résine modèle

Des observations au microscope optique nous ont permis d'obtenir les clichés de la Figure 142. Nous pouvons alors visualiser la dispersion des adsorbants au sein de la résine modèle.

Cette figure semble montrer que les particules de zéolite et de cyclodextrine sont réparties plutôt de manière homogène dans le film de polymère quelle que soit leur concentration. On note par ailleurs que les zéolites, contrairement à la β -cyclodextrine, peuvent

former des agglomérats lorsque leur concentration augmente alors que la dimension particulaire unitaire semble plus petite que celle des cyclodextrines.

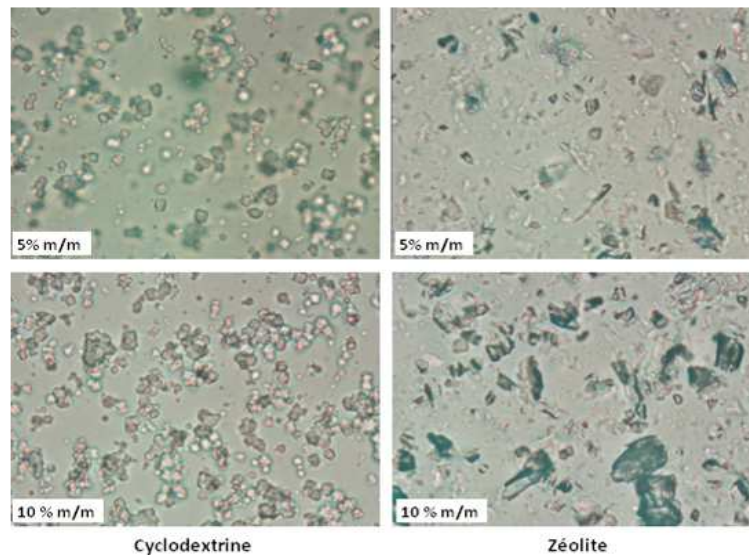


Figure 142: Clichés des films de résine contenant la cyclodextrine et la zéolite à plusieurs concentrations réalisés au microscope optique ($G \times 40$)

III.3.2 Adsorbants en surface du feuil de finition poudre

Les adsorbants sont mis en solution dans de l'éthanol avant que le mélange soit appliqué sur la couche de finition à hauteur de 300 μL sur les éprouvettes en verre de 7,5 \times 2,5 cm. Des observations au microscope optique ont donné les clichés de la Figure 143.

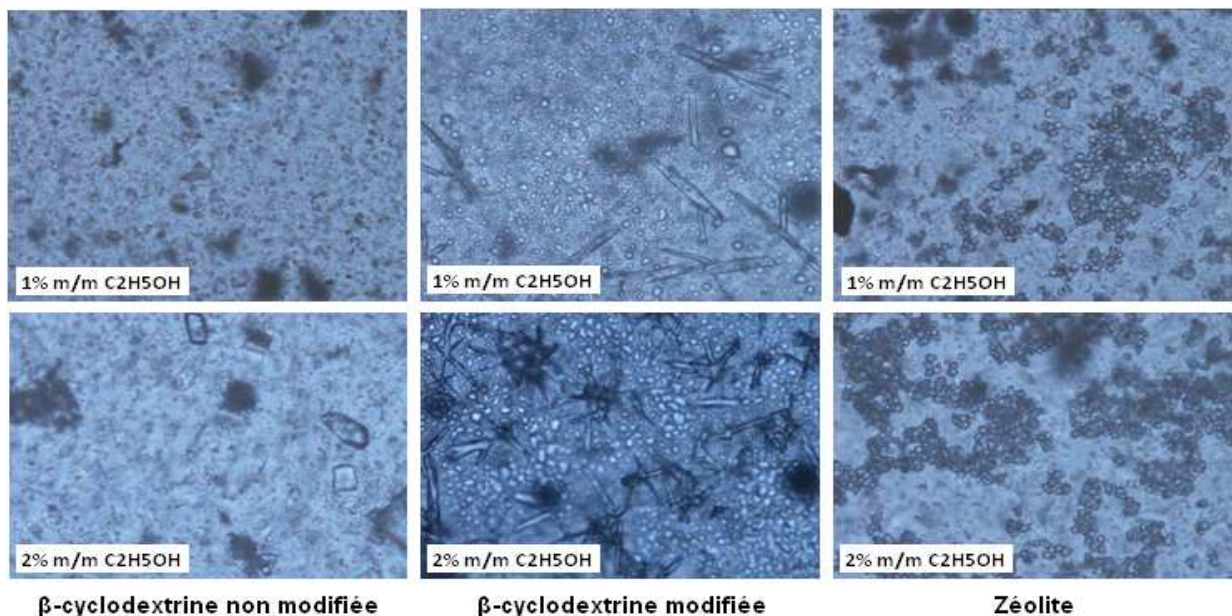


Figure 143: Films de vernis 340UV sur lequel sont appliquées les solutions de β -cyclodextrine, de β -cyclodextrine modifiée et de zéolite à 1 et 2% de concentration vus au microscope optique ($G \times 100$)

Par ailleurs, sachant que certaines finitions peuvent être sensibles vis-à-vis des frottements à l'éthanol, il est intéressant de voir comment agit l'éthanol sur la finition. Nous avons réalisé des clichés sur un vernis 340UV ayant reçu 300 μL de ce solvant (Figure 144).

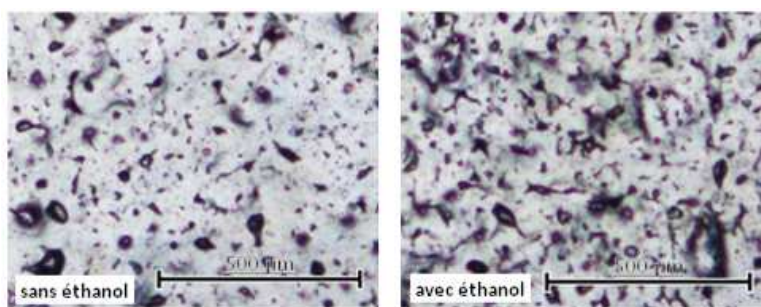


Figure 144: Influence de l'éthanol sur le vernis 340UV (G×40)

La rugosité de surface semble un peu plus importante lorsque de l'éthanol a été appliqué sur la couche de finition. Toutefois, le changement ne semble pas très significatif. Ceci est certainement dû au fait qu'il n'y a ici aucune action de frottement sur la résine.

III.3.3 Résistance du "greffage" des adsorbants vis-à-vis des lavages

• Observation à la loupe binoculaire :

Les éprouvettes sur lesquelles ont été déposées les solutions d'entités adsorbantes après traitement corona ont été soumises aux différents lavages décrits précédemment. Les images obtenues sont présentées sur la Figure 145.

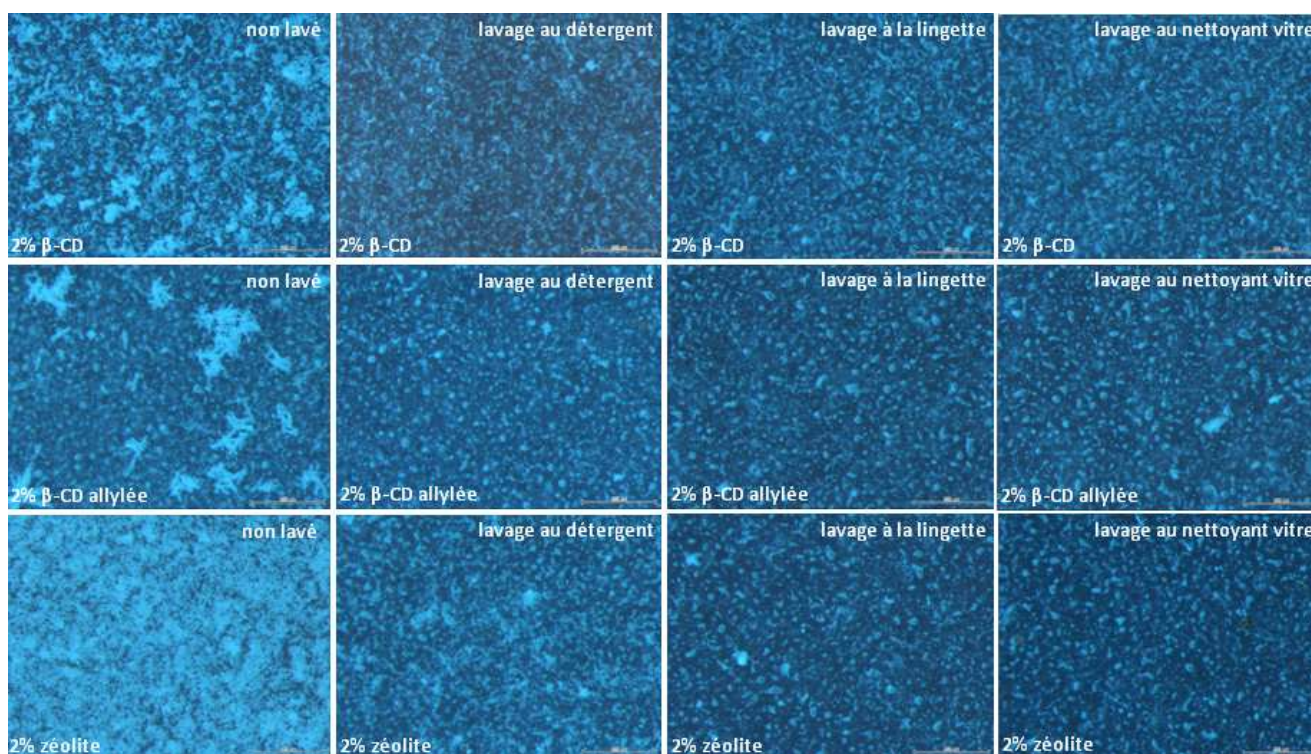


Figure 145: Clichés des surfaces non lavées et lavées suivant 3 lavages différents (G×64)

Sur les échantillons non lavés, on voit que la β -CD est moins bien dispersée (agglomérats) que la zéolite, d'autant plus lorsqu'elle est substituée par des groupements allyles.

Les images montrent que, quel que soit le lavage, les adsorbants ont disparu en totalité, ce qui implique que leur greffage n'est pas durable.

• Analyse par XPS :

L'analyse par XPS sur des lamelles de verre recouvertes du vernis poudre 340UV (grainé mat 9Z350F) montre effectivement que les β -CDs sont quasiment toutes éliminées après le lavage à la lingette nettoiyante et idem pour les zéolites. Les résultats sont présentés dans l'Annexe DD. Malgré une interprétation des spectres assez difficile, il semblerait que ce soient les β -CD modifiées qui résistent le mieux au lavage. En effet, la quantité de liaisons OH et C-O caractéristiques des β -CDs modifiées diminue assez peu après le lavage par rapport aux autres adsorbants en comparaison avec les valeurs obtenues pour les tests sans lavage (pourcentage massique de liaisons O-H et C-O pour l'échantillon témoin i.e. vernis au contact de l'éthanol seul : 16,68 %, pour le vernis + β -CD allylée : 87,67 %, pour le vernis + β -CD allylée +lavage : 74,26 %). Le greffage de la tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine serait donc plus efficace et la substitution nucléophile sur la β -cyclodextrine a donc son intérêt.

Ces résultats ne sont pas contradictoires avec ceux obtenus précédemment à la loupe, compte-tenu de la différence d'échelle d'observation.

• Méthode d'amélioration du greffage :

Nous pensons, après ces premiers résultats, qu'une substitution des β -cyclodextrines par des groupements acrylates plutôt qu'allyles augmenterait leur réactivité vis-à-vis des finitions et pourrait être à l'origine d'un meilleur "greffage".

Nous avons donc réalisé une nouvelle substitution des β -cyclodextrines selon le protocole décrit par Ding et ses collaborateurs^[281] qui correspond à une réaction entre la β -cyclodextrine et du chlorure d'acryloyle en présence d'hydroxyde de potassium.

• Protocole de substitution :

20 g de β -cyclodextrine ont été ajoutés à une solution contenant 6,02 g d'hydroxyde de potassium (107,5 mmol) dans 250 mL d'eau déionisée. L'ensemble est vigoureusement mélangé à température ambiante. Après dissolution complète de la β -CD, la solution est refroidie jusqu'à 0°C et le chlorure d'acryloyle (176,2 mmol) soit 14,3 mL est ajouté goutte pendant une durée de 30 minutes environ. Le mélange est agité et maintenu à 40°C pendant 6h. Après cela, le précipité blanc formé pendant la réaction est filtré et évacué, tandis que le filtrat est récolté pour procéder à une évaporation de la majorité du solvant par un évaporateur rotatif. Le solide blanc obtenu est recristallisé dans un mélange eau-acétone pour obtenir le produit final : β -cyclodextrine acrylatée avec un taux de substitution de 4 (Figure 146).

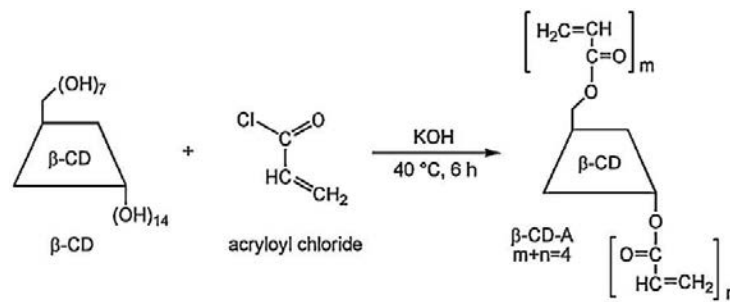


Figure 146: Principe d'obtention de la β -cyclodextrine acrylatée

• **Caractérisation de la cyclodextrine acrylatée :**

Les spectres obtenus en FTIR (Figure 147) montrent que par rapport à la β -CD non modifiée, les fonctions hydroxyles (3430 cm^{-1} environ) laissent place en partie à des liaisons C=O et C=C à 173 cm^{-1} et des liaisons de types C-H à 1208 cm^{-1} et CH₂ à 809 cm^{-1} dans la β -CD modifiée. Tous ces nouveaux pics sont caractéristiques de groupements acrylates. On suppose donc avoir bien synthétisé la β -CD acrylatée décrite plus haut.

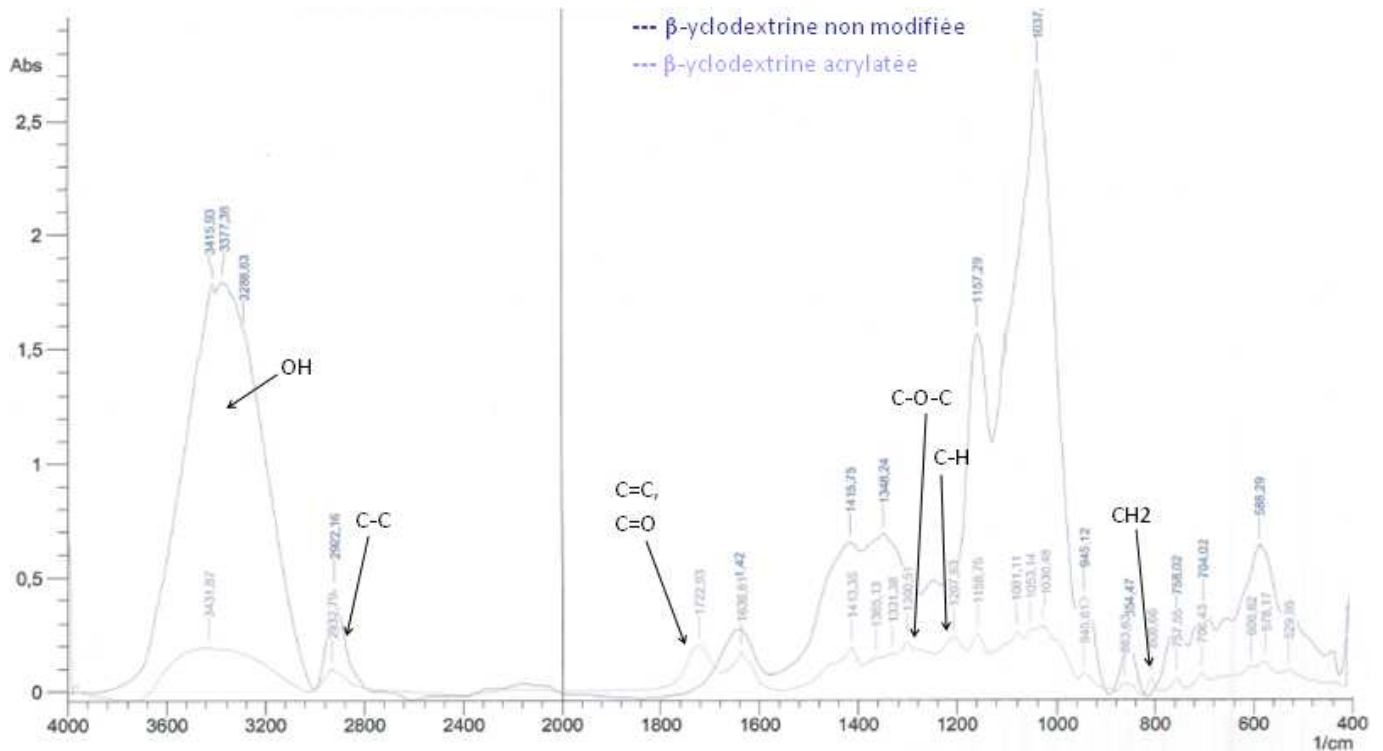


Figure 147: Spectres IR superposés de la β -CD non modifiée et de la β -CD acrylatée

L'analyse en RMN du proton est très proche de celle présentée dans la publication modèle [281] avec des pics caractéristiques du groupement acrylate à $\delta = 127$ and 168 ppm qui apparaissent dans les spectres de la β -CD modifiée.

• **Résistance du "greffage" de la β -cyclodextrine acrylatée face aux lavages :**

La Figure 148 présente les clichés comparatifs des surfaces de vernis poudre recouvertes par des solutions de β -CD modifiée ou non après traitement corona. La différence de couleur

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

entre les clichés vient du fait qu'ils n'ont pas été pris au même moment et que les paramètres de luminosité ont été différents. Par ailleurs, la solution de β -CD acrylatée n'était concentrée qu'à 1% en masse par rapport à celles de β -CD et de β -CD allylée qui étaient à 2%. C'est une des raisons pour laquelle, lorsque l'échantillon n'est pas lavé, la présence d'adsorbant n'est pas aussi visible que dans les autres cas.

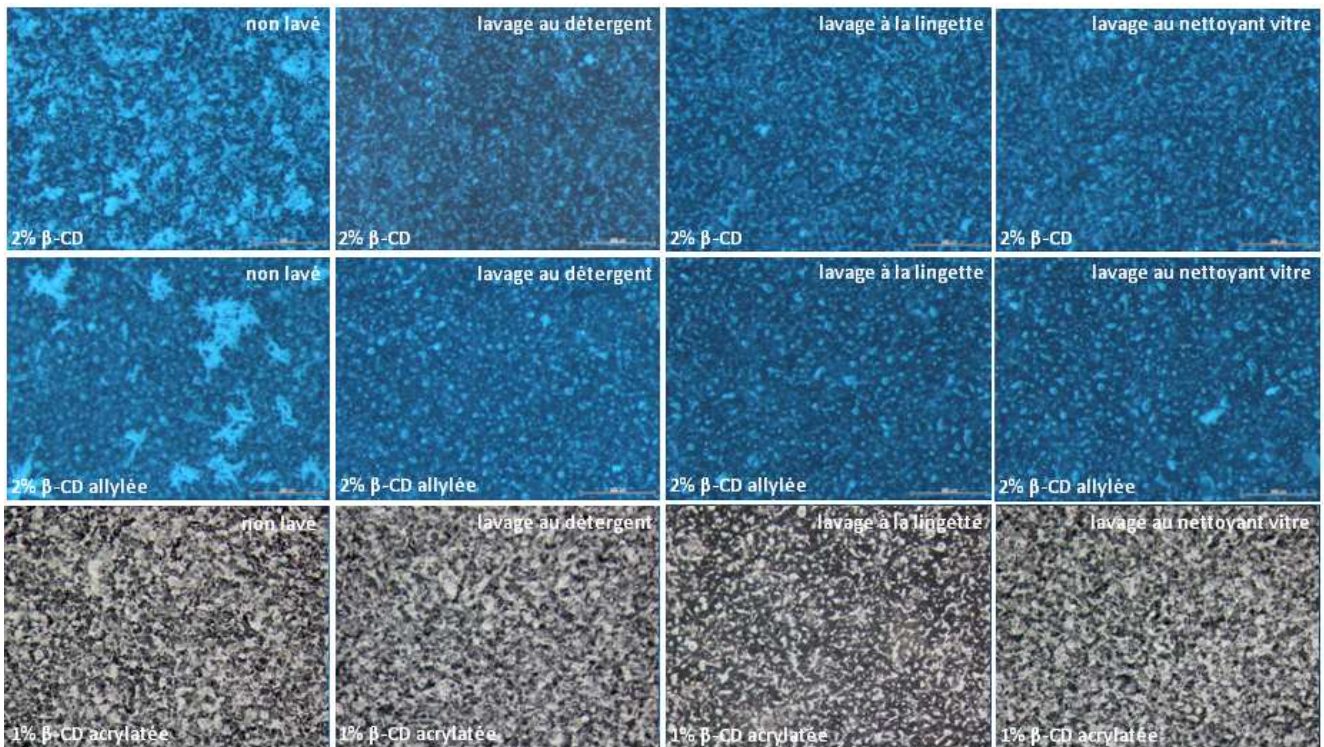


Figure 148: Comparaison des surfaces recouvertes de β -CD lavées ou non ($G \times 64$)

Il apparaît que les particules de β -CD acrylatée semblent plus petites que les autres β -CD. Leur solubilité dans l'éthanol est sans doute meilleure que ces dernières. Il semblerait par ailleurs que la β -CD acrylatée disparaîtrait moins après les lavages, avec un départ des particules plus important tout de même après le lavage à la lingette nettoyante par rapport au détergent ménager et au nettoyant vitres.

Globalement, sans oublier que les clichés ne sont pas parfaitement fiables, il semblerait donc que les β -CD acrylatées se "greffent" davantage en surface du vernis poudre et donc que cette substitution nucléophile soit avantageuse. Cependant ce résultat mériterait d'être vérifié par une analyse élémentaire plus poussée (non réalisée dans cette étude).

• Autre voie pour tenter d'améliorer le "greffage" des adsorbants :

La méthode consiste à traiter les surfaces de vernis poudres par corona après application des solutions d'adsorbant (déjà séchées par évaporation du solvant), plutôt qu'avant. La Figure 149 présente les clichés du vernis recouvert des solutions d'adsorbant concentrées à 1% en masse, ayant subi un traitement corona par la suite, puis un lavage ou non.

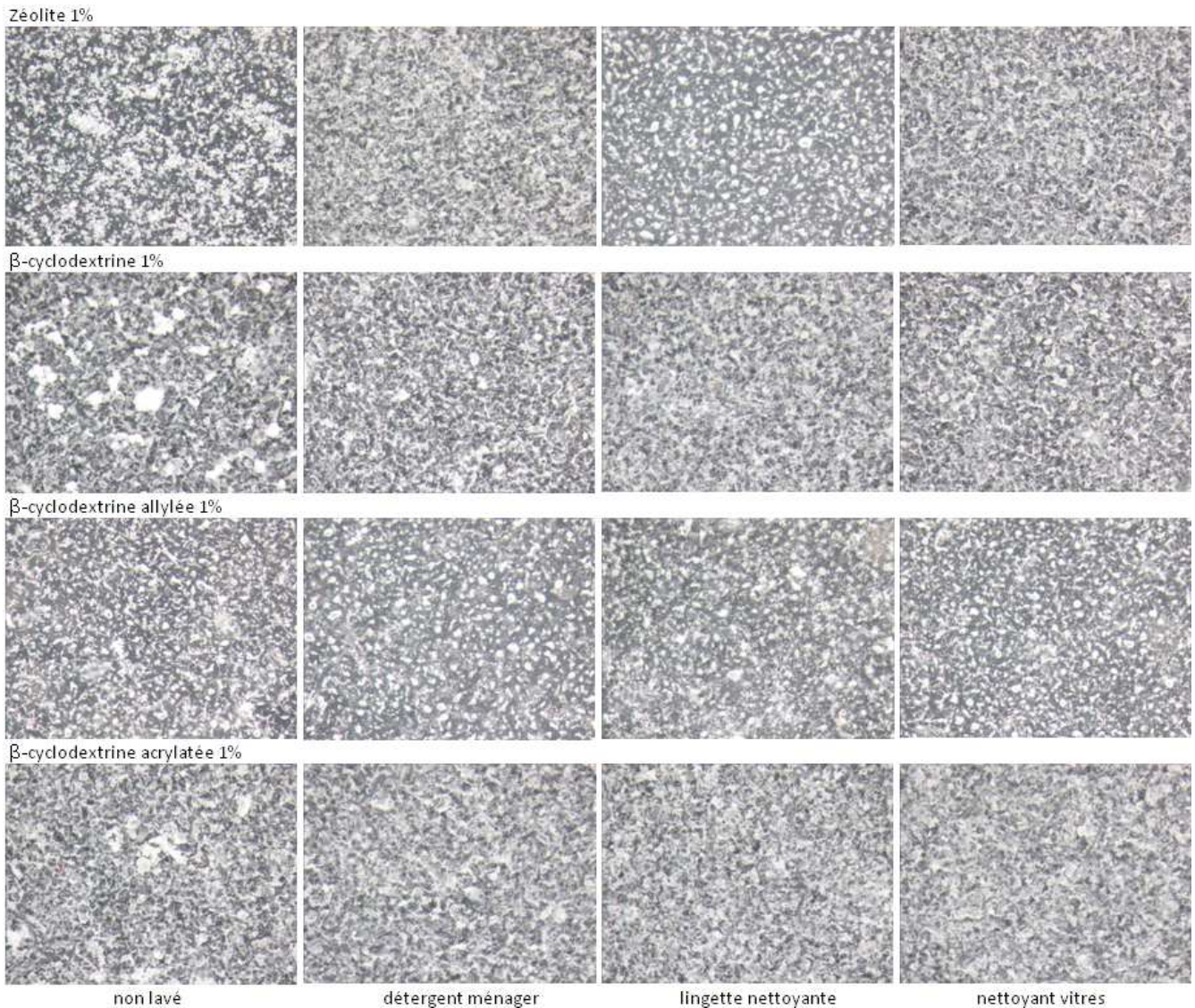


Figure 149: Vernis poudre avec solution d'adsorbant à 1% avant traitement corona, puis lavage ou non

D'après ces clichés pris à la loupe, en comparaison avec les Figure 145 et Figure 148, le "greffage" des entités adsorbantes ne semble pas spécialement amélioré par cette méthode. En effet, après lavage, la majorité des particules ont tendance à disparaître en grande partie ou du moins les plus grosses particules (comme pour un greffage antérieur à la dispersion des adsorbants).

Une analyse par XPS pourrait, là aussi, apporter des précisions sur les éléments atomiques et les groupements chimiques de surface avant et après lavage, mais nous n'avons pas eu l'occasion de réaliser ces essais.

III.4 Résultats de l'étude sur l'assainissement de l'air par les adsorbants

Une fois montré que les finitions poudres constituent une barrière aux COV contenus dans les matériaux à base de bois constituant le mobilier, il est intéressant de voir si les particules de zéolite et de β -CD peuvent diminuer le taux de polluants de l'air.

III.4.1 Efficacité des zéolites pour l'assainissement de l'air intérieur

De la poudre de zéolite a été placée dans le montage décrit précédemment. Des cycles d'adsorption - désorption successifs au cours du temps sont présentés sur la Figure 150. Le premier pic correspond à la détection de l'air pollué par le FID sans être passé par la zone qui contient les zéolites. Lorsque l'air passe ensuite par les zéolites, nous observons l'atténuation du signal, ce qui montre que les zéolites ont une efficacité pour l'adsorption de polluants. Lorsque de l'air pur est à nouveau injecté, le signal FID diminue à nouveau, mais pas jusqu'au niveau initial, signe que la désorption n'est pas complète.

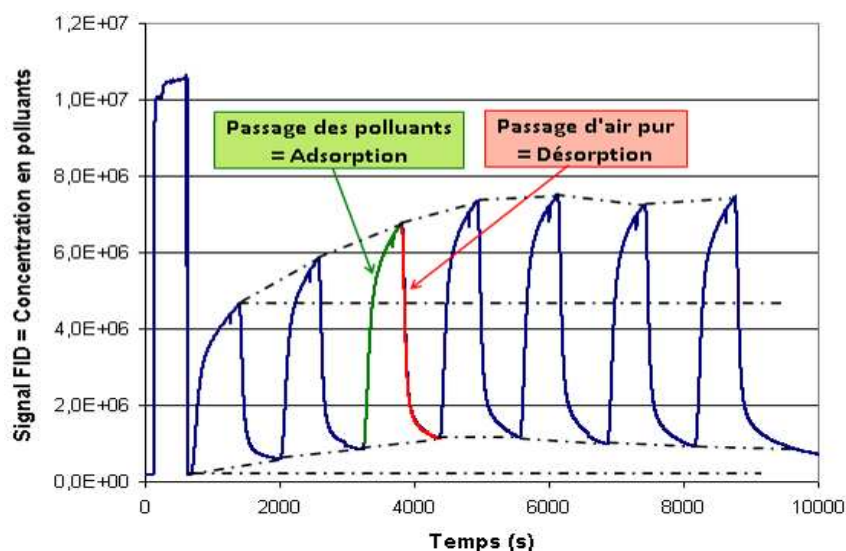


Figure 150: Cycles d'adsorption et de désorption des zéolites au cours du temps

Au cours des cycles d'adsorption-désorption, le signal FID maximal augmente, montrant ainsi que l'adsorption des polluants par les zéolites est moins performante (cf. Figure 151).

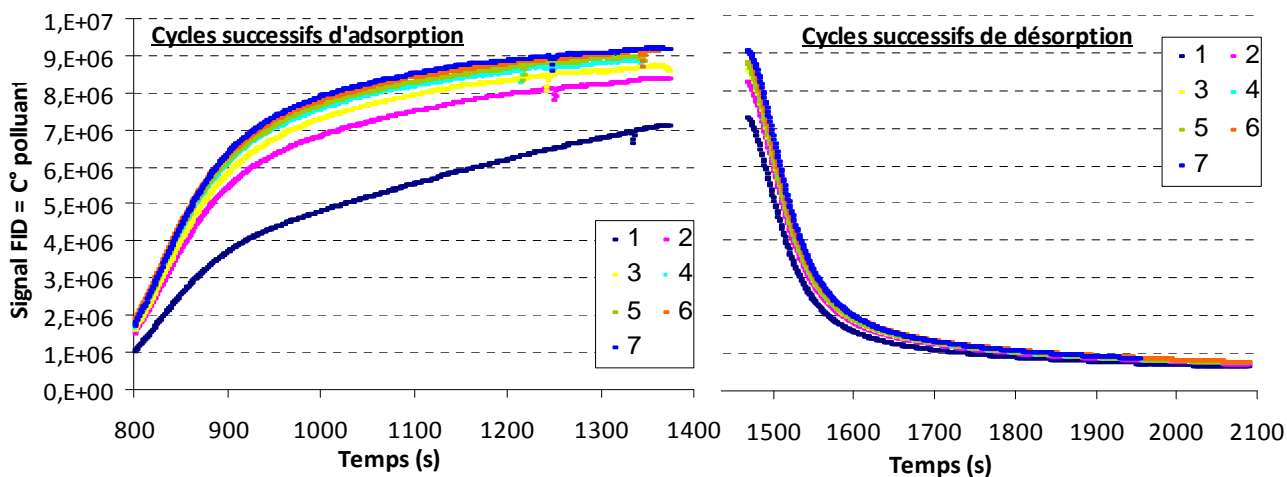


Figure 151: Atténuation du pouvoir adsorbant de la zéolite (0,35g)

La Figure 152 montre que l'adsorption des polluants est croissante lorsque la quantité de zéolite augmente.

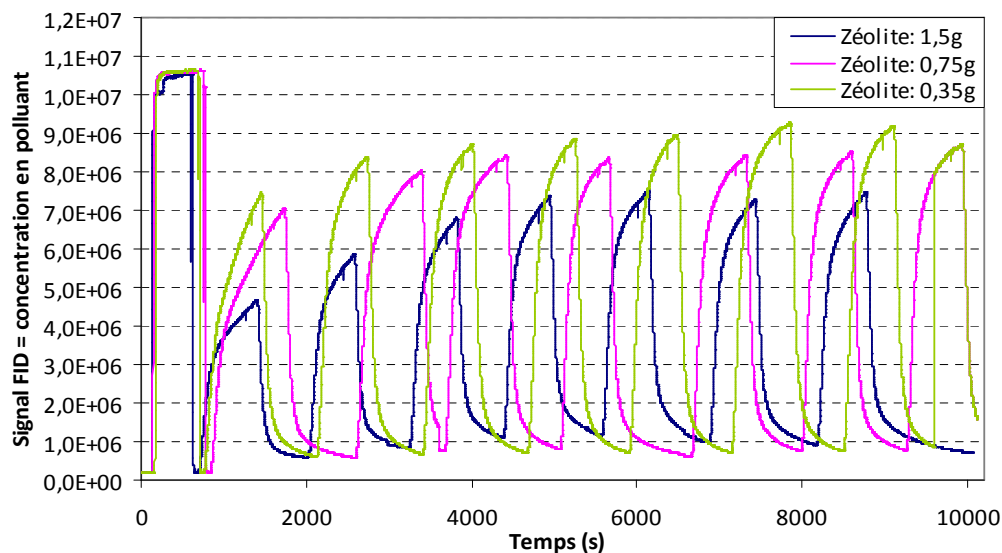


Figure 152: Influence de la concentration des zéolites sur leurs propriétés d'adsorption

III.4.2 Dépollution de l'air par dispersion des adsorbants dans la résine modèle

En testant différentes concentrations de zéolite et de β -CD dans le mélange de résine acrylate et de photoamorceur, nous pouvons voir un seuil d'efficacité de ces structures quant à l'assainissement de l'air pollué en formaldéhyde pendant une période d'essai de 3h. Une seule lamelle de verre recouverte de résine, puis passée sous vide juste avant essai est disposée dans l'enceinte de prélèvement (soit une surface de 18,75 cm²).

Nous avons testé 10, 5, 2 et 1% en masse d'adsorbant par rapport à la masse de résine-durcisseur, équivalant à une quantité respective de $4,32 \cdot 10^{-1}$, $7,25 \cdot 10^{-2}$, $4,42 \cdot 10^{-2}$ et $2,17 \cdot 10^{-2}$ mg/cm² pour la zéolite et $4,59 \cdot 10^{-1}$, $4,11 \cdot 10^{-1}$, $1,71 \cdot 10^{-1}$ et $7,81 \cdot 10^{-2}$ mg/cm² pour la β -CD. Les résultats sont donnés sur la Figure 153 (cf. Annexe EE pour les résultats complets).

Remarque : Il existe une certaine pollution de l'air considéré comme pur dans nos essais (soit 23 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ de formaldéhyde). Celle-ci est déduite de tous les résultats obtenus. En outre, pour une concentration théorique de 170 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, la concentration réelle obtenue après prélèvement et analyse en HPLC est plutôt proche de 128 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Si nous comparons l'essai avec la résine seule et ceux avec la résine chargée en zéolite, la Figure 153-a montre que la quantité de formaldéhyde contenue dans l'enceinte diminue de manière assez importante avec 10%_m de zéolite (de 128 à 43 $\mu\text{g}/\text{m}^3$). Lorsque la quantité d'adsorbant incorporée dans la résine est réduite, la concentration en formaldéhyde réaugmente petit à petit. Pour des concentrations de 1 et 2%_m, la dépollution de l'air semble identique. Grâce à cette méthode, il semble que nous puissions donc réduire la concentration en formaldéhyde de plus de 65% avec une charge répartie dans la matière de 0,43 mg/cm² et de

plus de 50% pour $0,04 \text{ mg/cm}^2$ (avec une surface de $18,75 \text{ cm}^2/2\text{L}$ d'air, soit $0,9375 \text{ m}^2/\text{m}^3 \sim 1\text{m}^2/\text{m}^3$).

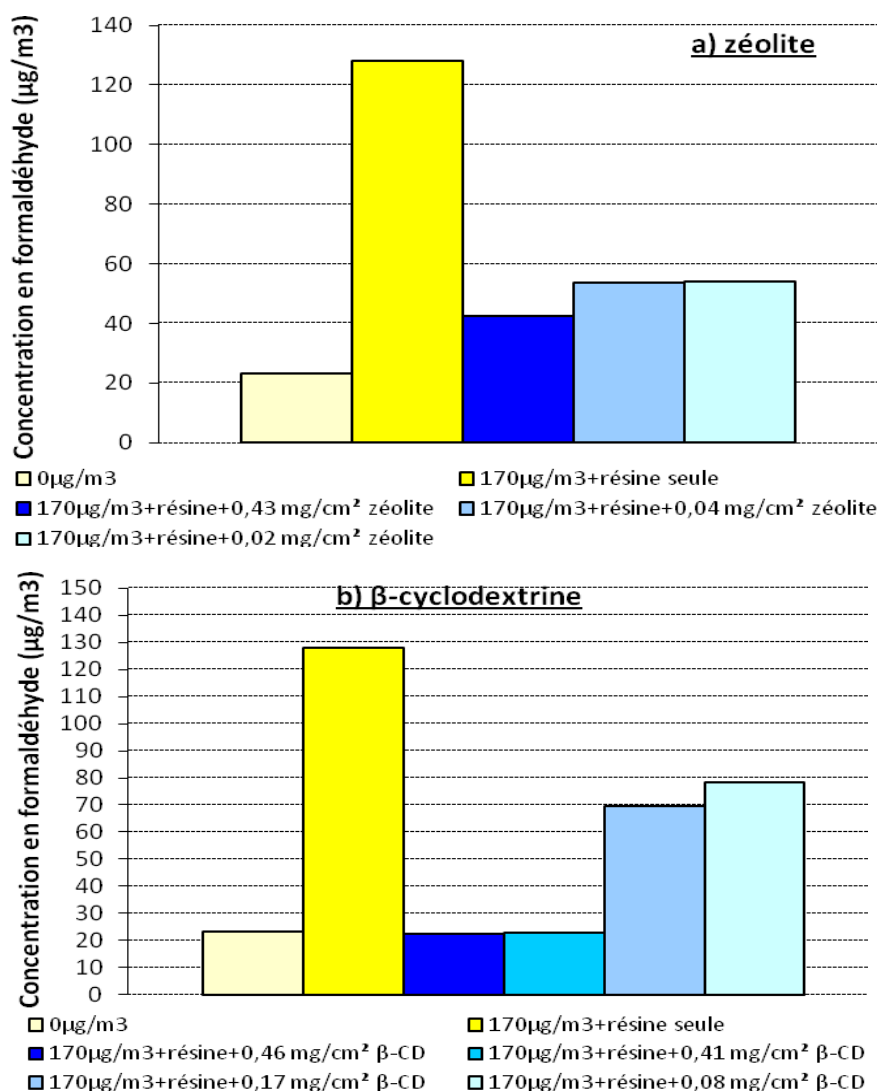


Figure 153: Evolution de la concentration en formaldéhyde suivant la quantité d'adsorbant incorporée dans la résine modèle, a) zéolite, b) β-cyclodextrine

La Figure 153-b présente les résultats obtenus pour l'incorporation de la β-CD dans la résine. La concentration en formaldéhyde semble diminuer fortement avec 10% m de zéolite (de 128 à 23 µg/m^3). Cependant, 5% m de zéolite permet de diminuer d'autant cette pollution, donc nous pouvons penser que cette dernière quantité d'adsorbant incorporée dans la résine est suffisante pour dépolluer dans nos conditions d'essai. En revanche, il semblerait que des concentrations en β-CD inférieures ont beaucoup moins d'efficacité (de 128 à 70 µg/m^3 pour 2% m et 78 µg/m^3 pour 1% m). Nous avons alors réduit la concentration en formaldéhyde de plus de 82% avec une charge de $0,46 \text{ mg/cm}^2$ de β-CD répartie dans la matière et de plus de 45% pour $0,17 \text{ mg/cm}^2$.

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

L'ajout de ces deux types d'adsorbant semble donc efficace pour assainir l'air intérieur, mais avec un apport d'au moins $0,43 \text{ mg/cm}^2$ (10% m par rapport à la résine et épaisseur de feuil de $60 \mu\text{m}$) pour la zéolite et de $0,41\text{-}0,46 \text{ mg/cm}^2$ (5 ou 10% m) pour la β -CD afin que les concentrations en formaldéhyde descendent rapidement à des taux supportables. Ces quantités restent relativement importantes, mais semblent nécessaires pour qu'il y ait suffisamment d'adsorbant en surface de la résine ou de la finition. Par ailleurs, il semblerait que les zéolites soient plus efficaces que les β -CD. C'est vraisemblablement pour cette raison que ces dernières sont le plus majoritairement mises en œuvre dans la dépollution de l'eau, plutôt que de l'air.

Nous pouvons supposer que les adsorbants se disposent peut-être principalement en surface du feuil lors de l'évaporation du solvant, ce qui pourrait être à l'origine d'une surface de contact entre eux et les polluants relativement importante. Des observations au MET permettraient de connaître la distribution des adsorbants, mais elles n'ont pas été réalisées dans le cadre de l'étude.

Par ailleurs, il faut garder à l'esprit, qu'à un niveau industriel, le procédé d'inclusion des entités adsorbantes dans la poudre, le procédé d'application de la poudre sur le substrat et la cuisson pourraient influencer l'activité adsorbante finale du produit. Un autre point semble également important à prendre en compte ; celui de la résistance mécanique d'un tel mélange. Cependant, nous n'avons pas eu le temps d'investiguer ces modifications éventuelles de propriétés.

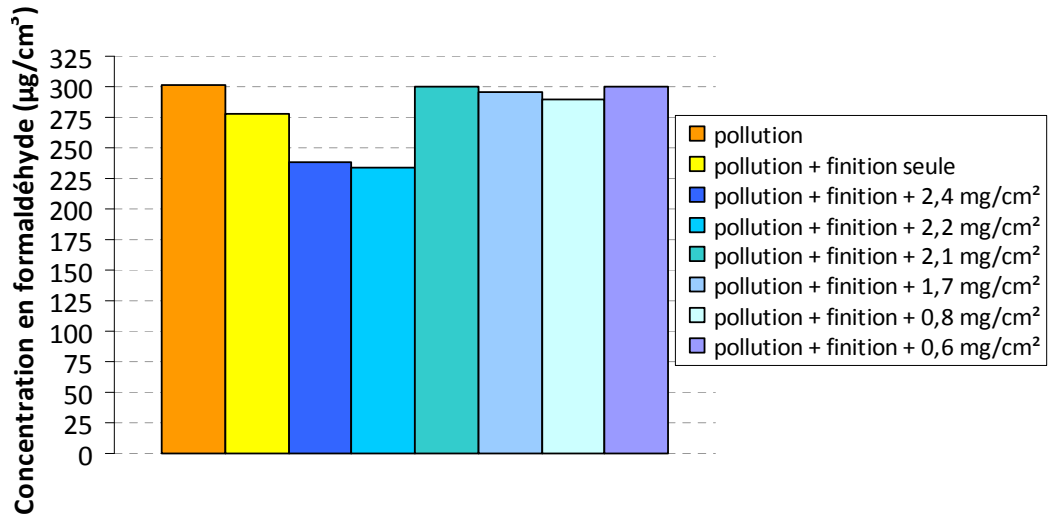
Pour tenter de réduire la quantité d'adsorbant à incorporer dans les finitions poudres et également passer outre les modifications des propriétés mécaniques du composite poudre-adsorbant, nous avons envisagé dans la suite un dépôt des adsorbants en surface du feuil sec.

III.4.3 Dépollution de l'air par "greffage" des adsorbants sur la finition poudre

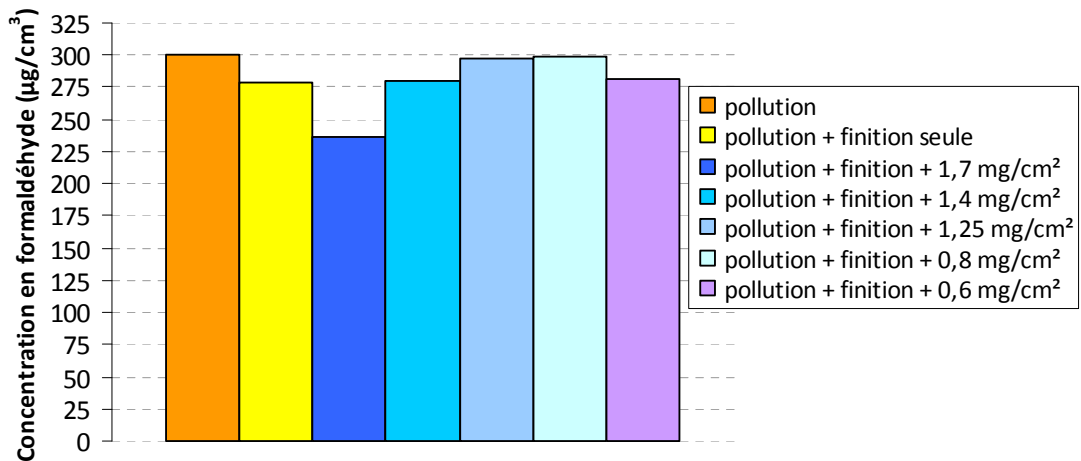
Nous avons testé plusieurs grammages d'adsorbant sur la surface finie avec une poudre *Interpon 340UV* blanche (grainé, 9A351F). Dans le volume de l'enceinte, 2 lamelles de verre finies sont disposées (soit un rapport surface-volume de $1,875 \text{ m}^2/\text{m}^3$). Les résultats sont donnés sur la Figure 154 (voir Annexe FF pour les résultats complets).

Remarque : Tout d'abord, pour une injection théorique de $324 \mu\text{g}/\text{m}^3$ de formaldéhyde dans l'enceinte, l'analyse HPLC donne une valeur de $301 \mu\text{g}/\text{m}^3$ en moyenne sur 2 essais.

a) β -cyclodextrine



b) β -cyclodextrine acrylatée



c) zéolite

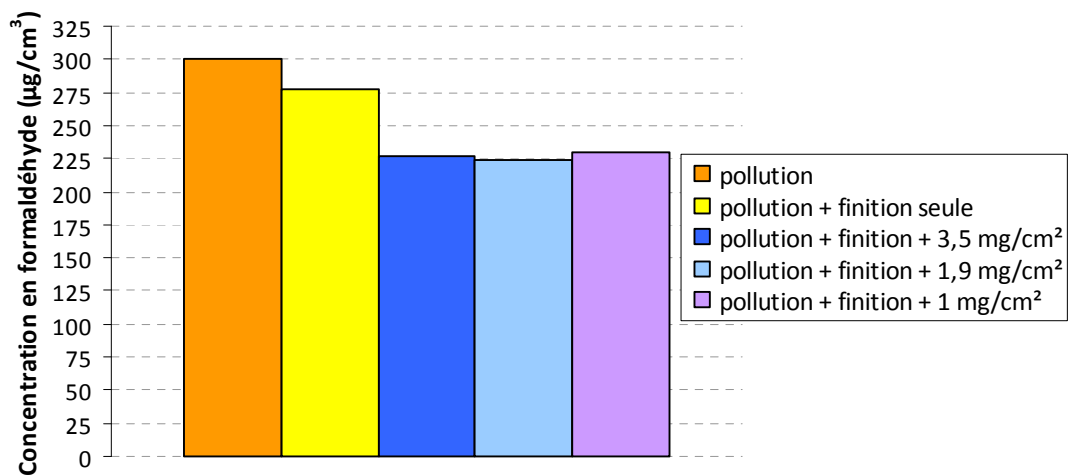


Figure 154: Evolution de la concentration en formaldéhyde suivant la quantité d'adsorbant en surface de la finition poudre, a) β -cyclodextrine, b) β -cyclodextrine acrylatée, c) zéolite

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

D'après ces essais, à l'erreur expérimentale près (petite pollution de l'air de « nettoyage », pollution possible des cartouches initialement ou à leur conservation avant analyse, écarts lors de l'élution, ...), la finition poudre seule semble ne pas avoir d'effet spécifique sur l'adsorption de polluant dans l'air de l'enceinte (diminution de 301 à 282 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ environ, ce qui n'est pas significatif).

D'après la Figure 154-a, la β -CD permet d'abaisser d'environ 25% la concentration en formaldéhyde, mais seulement pour des concentrations supérieures ou égales à 2,2 mg/cm^2 . En dessous de cette concentration, nous n'observons déjà plus d'adsorption de formaldéhyde. Il semblerait donc que la β -CD n'ait plus aucun effet (pas de piégeage) puisque les pollutions relevées après 3h d'essai sont toutes très proches de la pollution initiale.

La Figure 154-b montre les résultats obtenus avec la β -CD acrylatée. Seule la concentration de 1,7 mg/cm^2 permet d'abaisser le taux de formaldéhyde dans l'air pour une durée d'adsorption de 3h (environ 20% soit 240 $\mu\text{g}/\text{m}^3$). On remarquera qu'à ce même taux d'adsorbant, la β -CD n'avait aucun effet. C'est un résultat intéressant d'autant plus qu'une fois la β -CD modifiée, sa masse molaire est plus importante et donc à taux constant, le nombre de cavités disponibles est plus faible. On peut penser que la modification chimique de la β -CD entraîne une modification de son orientation en surface avec peut-être plus de cavités accessibles. Cela pourrait être vérifié par des clichés MET, que nous n'avons pas effectués durant notre étude, faute de temps.

La Figure 154-c ne présente les résultats obtenus que pour quelques teneurs en zéolite puisque pour tous les taux testés (entre 3,5 et 1 mg/cm^2), la concentration en formaldéhyde adsorbée est quasiment constante. Ce n'est donc pas parce que plus de zéolite est déposée que l'adsorption est meilleure. Sans aller plus loin dans l'interprétation de ces résultats, nous pouvons émettre l'hypothèse qu'à des concentrations élevées, les particules de zéolite forment de gros agglomérats en solution, ce qui réduirait ainsi la surface adsorbante avec l'air pollué.

Encore une fois, les résultats obtenus concernant l'assainissement de l'air pollué par le formaldéhyde semblent meilleurs avec les zéolites qu'avec les β -CDs. Cela confirmerait donc l'hypothèse que ce type d'adsorbant est à privilégier pour la dépollution de l'air. Mais il est également possible de remettre en cause certains aspects expérimentaux comme la mise en solution des entités adsorbantes, le séchage, puis la mise sous vide des échantillons qui peuvent être à l'origine d'une certaine variabilité des résultats et surtout pourraient rendre moins efficaces les cyclodextrines par rapport aux zéolites qui sont des entités certainement moins fragiles.

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Nous avons montré, dans un premier temps qu'un panneau de MDF revêtu d'une finition poudre ne dégage pas de COV. Ceci a mis en évidence que les finitions poudres présentent deux propriétés : 1) elles ne dégagent pas elles-mêmes de polluants, 2) elles ont un effet barrière vis-à-vis du substrat sous-jacent. A partir de ce constat, nous avons cherché à leur conférer une propriété supplémentaire qui s'inscrit dans le cadre de la qualité de l'air intérieur.

Cette fonctionnalisation repose sur l'addition de particules de zéolite ou de β -cyclodextrines dans les finitions poudres, capables de piéger divers polluants. Cette addition peut être réalisée par dispersion dans la masse ou par "greffage" en surface des feuillets activés par corona.

Nous avons examiné les effets d'un tel traitement sur nos finitions. Des mesures d'angle de contact sur des feuillets non traités a permis de montrer qu'ils étaient moyennement mouillables quels que soient les résines et les substrats. Le traitement corona sous air entraîne alors : (i) une oxydation de la surface (XPS), (ii) une amélioration nette de la mouillabilité des 4 types de finitions étudiés (angle de contact), (iii) une légère augmentation de la rugosité (profilométrie) et (iv) la production de radicaux libres (piégeage au DPPH), ce qui est particulièrement intéressant dans le cadre des développements envisagés.

Pour favoriser leur "greffage", nous avons eu recours à des modifications chimiques des β -cyclodextrines, en ajoutant, dans un premier temps, des bras allyles, puis dans un second temps, des fonctions acrylates. Cette deuxième modification chimique s'est avérée beaucoup plus efficace en termes de "greffage" que la première. Cette transformation chimique n'est pas forcément idéale dans l'optique de proposition de revêtements « tout écologique » puisqu'elle nécessite l'emploi de solvants organiques et de réactifs relativement toxiques, mais il s'agissait ici d'une approche du "greffage" de particules en surface, qui peut, bien entendu, encore être améliorée dans les perspectives de cette tâche du projet.

En ce qui concerne les essais d'assainissement de l'air intérieur, nous avons commencé par vérifier la capacité des zéolites à adsorber un air vicié. En faisant circuler dans une petite enceinte successivement de l'air pur et de l'air pollué, nous avons pu mettre en évidence des phénomènes d'adsorption, de désorption sur la zéolite, ainsi que de saturation. Ceci a été prometteur pour réaliser des essais en enceinte close afin d'évaluer l'efficacité des zéolites et des β -CDs incluses dans les films de finition poudre ou greffées en surface. A ce sujet, nous avons pu montrer :

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

- d'une part, qu'une incorporation dans la résine de $0,04 \text{ mg/cm}^2$ (2% m de résine) à $0,43 \text{ mg/cm}^2$ (10% m) de zéolite pouvait réduire de 50 à 65% le taux de formaldéhyde contenu dans l'enceinte de prélèvement et que 0,46%/m de β -CD (10% m) permet d'atteindre une réduction de 82% (ou 0,17% m (2% m) une réduction de 45%).

- d'autre part qu'un "greffage" en surface du feuil sec de $2,2 \text{ mg/cm}^2$ de β -CD et à partir de 1 mg/cm^2 de zéolite semble nécessaire pour réduire de 25% la concentration en formaldéhyde dans l'air et $1,7 \text{ mg/cm}^2$ de β -CD acrylatée pour la réduire de 20% (sur une pollution initiale d'environ $313 \text{ }\mu\text{g/m}^3$, sans renouvellement d'air en 3 heures et une surface poudrée de $37,5 \text{ cm}^2$).

On remarque donc que les résultats concernant le "greffage" en surface du feuil des entités adsorbantes sont moins probants que ceux de leur incorporation dans la masse, d'autant plus que dans ce dernier cas, les adsorbants sont moins concentrés. Cela peut paraître étrange puisqu'un "greffage" devrait permettre un rapport surface adsorbante/volume plus important. Cependant, la technique utilisée ici pour la bonne dispersion des particules en surface a nécessité de les mettre en « solution » dans de l'éthanol qui pourrait être à l'origine d'une baisse d'activité adsorbante par « bouchage » des pores, couplé avec une mise sous vide des échantillons avant essai insuffisante. Nous pouvons également émettre l'idée qu'il pourrait y avoir une certaine migration des adsorbants vers la surface du feuil lors de l'évaporation du chloroforme dans la méthode d'incorporation dans la masse, ce qui entraînerait une bonne efficacité de la méthode.

Par ailleurs, ces résultats mériteraient d'être approfondis d'abord en multipliant les essais pour confirmer les tendances observées, puis en partant d'une concentration initiale en polluant représentative d'une pollution plutôt comprise entre 10 et $100 \text{ }\mu\text{g/m}^3$ et en considérant d'autres types de polluants (par exemple les BTEX).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [214] http://www.quad-lab.fr/site/quad_particulier/pollution.htm
- [215] Benhadi S. Fonctionnalisation de surfaces cellulósiques par traitement Corona. Mémoire de stage Master recherche Sciences du Bois et des Fibres, UHP Nancy I (2006)
- [216] Lebeau B. Généralités sur les matériaux poreux, intérêt, mise en œuvre et applications. Laboratoire de Matériaux à Porosité Contrôlée (LMPC) UMRCNRS 7016, UHA-ENSCMu Mulhouse, Pdf, 32 pages
- [217] Winé G. Synthèse de zéolithe BETA sur du β -SiC et dans des nanotubes de carbone. Application à la réaction d'acylation de Friedel-Crafts. Thèse, Université Louis Pasteur Strasbourg (7 mai 2004) 158 pages
- [218] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Z%C3%A9olithe>
- [219] <http://www.bza.org/zeolites.html>
- [220] <http://izasc.ethz.ch/fmi/xsl/IZA-SC/bs.xsl> (zéolithe ITH)
- [221] <http://semsci.u-strasbg.fr/zeolithe.htm>
- [222] Sian H.K., Said M., Hassan O., Kamaruddin K., Ismail A. F, Rahman R. A., Mahmood N. A., Illias R. Md. Purification and characterization of cyclodextrin glucanotransferase from alkalophilic *Bacillus* sp. G1. *Process Biochemistry* 40 (2005) 1101-1111
- [223] Song L.X., Bai L., Xu X.M., He J., Pan S.Z. Inclusion complexation, encapsulation interaction and inclusion number in cyclodextrin chemistry. *Coordination Chemistry Reviews* 253 (2009) 1276-1284
- [224] Badr T., Hanna K., de Brauer C. Enhanced solubilization and removal of naphthalene and phenanthrene by cyclodextrins from two contaminated soils. *Journal of Hazardous Materials B112* (2004) 215-223
- [225] Fourmentin S., Outirite M., Blach P., Landy D., Ponchel A., Monflier E., Surpateanu G. Solubilisation of chlorinated solvents by cyclodextrin derivatives. A study by static gas chromatography and molecular modelling. *Journal of Hazardous Materials* 141 (2007) 92-97
- [226] Szente L., Fenyvesi E., Szejtli J. Entrapment of iodine with cyclodextrins: potential application of cyclodextrins in nuclear waste management. *Environment Science & Technology* 33 (24) (1999) 4495-4498
- [227] Viglianti C., Hanna K., de Brauer C., Germain P. Removal of polycyclic aromatic hydrocarbons from aged-contaminated soil using cyclodextrins: Experimental study. *Environmental Pollution* 140 (2006) 427-435
- [228] Buchanan C.M., Alderson S.R., Cleven C.D., Dixon D.W., Ivany R., Lambert J. L., Lowman D.W., Offerman R.J., Szejtli J., Szente L. Synthesis and characterization of water-soluble hydroxybutenyl cyclomaltooligosaccharides (cyclodextrins). *Carbohydrate Research* 337 (2002) 493-507
- [229] Crini G. Recent developments in polysaccharide-based materials used as sorbents in wastewater treatment. *Progress in Polymer Science* 30 (2005) 38-70
- [230] Baruch-Teblum E., Mastai Y., Landfester K. Miniemulsion polymerization of cyclodextrin nanospheres for water purification from organic pollutants. *European Polymer Journal* 46 (2010) 1671-1678
- [231] Wang Y., Zhou S I, Xia J r., Xue J., Xu J h, Zhu J-H. Trapping and degradation of volatile nitrosamines on cyclodextrin and zeolites. *Microporous and mesoporous materials* 75 (2004) 247-254
- [232] J. Szejtli, Cyclodextrin Technology, Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, 1988, p 450
- [233] NF EN ISO 16000-9, Août 2006 : Air intérieur, partie 9: dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement- Méthode de la chambre d'émission
- [234] NF EN ISO 16000-11, Août 2006 : Air intérieur, partie 11: dosage de l'émission de composés organiques volatils de produits de construction et d'objets d'équipement- Echantillonnage, conservation des échantillons et préparation d'échantillons pour essai
- [235] NF EN ISO 16000-3, Janvier 2002 : Air intérieur - Partie 3 : dosage du formaldéhyde et d'autres composés carbonylés - Méthode par échantillonnage actif
- [236] Kuwata K., Uebori M., Yamasaki Y. Determination of aliphatic and aromatic aldehydes in polluted airs as their 2,4-dinitrophenylhydrazones by high performance liquid chromatography. *Journal of Chromatographic Science* 17 (1979) 264-268

- [237] Fung K., Grosjean D. Determination of nanogram amounts of carbonyls as 2,4-dinitrophenylhydrazones by high performance liquid chromatography. *Analytical Chemistry* 53 (1981) 166-171
- [238] NF EN ISO 16000-6, Juin 2005 : Air intérieur - Partie 6 : dosage des composés organiques volatils dans l'air intérieur des locaux et enceintes d'essai par échantillonnage actif sur le sorbant Tenax TAr, désorption thermique et chromatographie en phase gazeuse utilisant MS/FID
- [239] Hansen C.M. Polymer additives and solubility parameters. *Progress in Organic Coatings* 51 (2004) 109-112
- [240] Podgorski L., Chevet B., Onic L. Merlin A. Modification of wood wettability by plasma and corona treatments. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 20 (2000) 103-111
- [241] Winfield P.H., Harris A.F., Hutchinson A.R. The use of flame ionisation technology to improve the wettability and adhesion properties of wood. *International Journal of Adhesion & Adhesives* 21 (2001) 107-114
- [242] Custódio J., Broughton J., Cruz H., Winfield P. Activation of timber surfaces by flame and corona treatments to improve adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 29 (2) (2009) 167-172
- [243] Pykönen M., Sundqvist H., Järnström J., Kaukonen O.-V., Tuominen, M., Lahti, J., Peltonen, J., Toivakka, M. Effects of atmospheric plasma activation on surface properties of pigment-coated and surface-sized papers. *Applied Surface Science* 255 (5 Part 2) (2008) 3217-3229
- [244] Radetić M., Ilić V., Vodnik V., Dimitrijević S., Jovančić P., Šaponjić Z., Nedeljković J.M. Antibacterial effect of silver nanoparticles deposited on corona-treated polyester and polyamide fabrics. *Polymers for Advanced Technologies* 19 (12) (2008) 1816-1821
- [245] Radetić M., Jocić D., Jovančić P. Thomas H. recycled nonwoven material as sorbent for lead cations. *Journal of Applied Polymer Science* 90 (2003) 379-386
- [246] Fakin D., Ojstršek A., Benkovič S.Č. The impact of corona modified fibres' chemical changes on wool dyeing. *Journal of Materials Processing Technology* 209 (2009) 584-589
- [247] Wang X., Cao G., Xu W. Improving the hydrophilic properties of wool fabrics via corona discharge and hydrogen peroxide treatment. *Journal of Applied Polymer Science* 112 (4) (2009) 1959-1966
- [248] Radetić M., Jovančić P., Puač N., Petrović Lj.Z., Šaponjić Z. Plasma-induced decolorization of indigo-dyed denim fabrics related to mechanical properties and fiber surface morphology. *Textile Research Journal* 79 (6) (2009) 558-565
- [249] Gassan J., Gustowski V.S. Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites. *Composites Science and Technology* 60 (2000) 2857-2863
- [250] Marais S., Gouanvé F., Bonnesoeur A., Grenet J., Poncin-Epaillard F., Morvan C., Métayer M. Unsaturated polyester composites reinforced with flax fibers : effect of cold plasma and autoclave treatments on mechanical and permeation properties. *Composites : Part A* 36 (2005) 975-986
- [251] Ragoubi M.; Bienaime D.; Molina S.; George B., Merlin A. Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof. *Industrial Crops and Products* 31 (2010) 344-349
- [252] Vander Wielen L.C., Ragauskas A. J. Grafting of acrylamide onto cellulosic fibers via dielectric-barrier discharge. *European Polymer Journal* 40 (2004) 477-482
- [253] Benhadi S., Greffage de cyclodextrines modifiées par traitement Corona sur matériaux celluloseux, thèse UHP, 2010
- [254] Zhang D., Sun Q., Wadsworth L.C. Mechanism of corona treatment on polyolefin films. *Polymer Engineering and Science* 38 (6) (1998) 965-970
- [255] Massines F., Gouda G., Gherardi N., Duran M., Croquesel V. The role of dielectric barrier discharge atmosphere and physics on polypropylene surface treatment. *Plasmas and Polymers* 6 (2001) 35-49
- [256] Dumitrascu N., Balau T., Tasca M., Popa G. Corona discharge and grafting treatment of plasticized PVC films. *Materials Chemistry and Physics*. 65 (3) (2000) 339-344
- [257] Zheng Z., Tang X., Shi M., Zhou G. A study of the influence of controlled corona treatment on UHMWPE fibres in reinforced vinyl ester composites. *Polymer International* 52 (2003) 1833-1838
- [258] Ogawa T., Mukai H., Osawa S. Improvement of the mechanical properties of an ultrahigh molecular weight polyethylene fiber/epoxy composite by corona -discharge treatment. *Journal of Applied Polymer Science* 79 (2001) 1162-1168

CHAPITRE 5 : ASSAINISSEMENT DE L'AIR INTERIEUR PAR LES FINITIONS POUDRES

- [259] Lei J., Shi M., Zhang J. Surface graft copolymerization of hydrogen silicone fluid onto fabric through corona discharge and water repellency of grafted fabric. *European Polymer Journal* 36 (2000) 1277-1281
- [260] Lei J., Liao X. Surface graft copolymerization of acrylic acid onto LDPE through corona discharge. *European Polymer Journal* 37 (2001) 771-779
- [261] Lei J., Liao X. Surface graft copolymerization of 2-hydroxyethyl methacrylate onto low-density polyethylene film through corona discharge in air. *Journal of Applied Polymer Science* 81 (2001) 2881-2887
- [262] Seto F., Muraoka Y., Akagi T., Kishida A., Akashi M. Surface grafting of poly(vinylamine) onto poly(ethylene) film by Corona discharge-induced grafting. *Journal of Applied Polymer Science* 72 (1999) 1583-1587
- [263] Kogelschatz U. Dielectric-barrier Discharges: Their History, Discharge Physics, and Industrial Applications. *Plasma Chemistry and Plasma Processing* 23(1) (2003) 1-46
- [264] Gassan J. et Gustowski V.S. Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites. *Composites Science and Technology* 60 (2000) 2857-2863
- [265] Süzer S., Argun A., Vatansver O., Aral O. XPS and water contact angle measurements on aged and corona-treated PP. *Journal of Applied Polymer Science* 74 (1999) 1846-1850
- [266] Novák I., Florián Š., Investigation of hydrophilicity of polyethylene modified by electric discharge in the course of aging. *Journal of Materials Science Letters* 20 (2001) 1289-1291
- [267] Chtourou H., Riedl B., Kokta B.V. ESCA and FTIR study of synthetic pulp fiber modified by fluorinated gases and corona discharge. *Journal of Colloid And Interface Science* 158 (1993) 96-104
- [268] Vander Wielen, Östenson M., Gatenholm P., Ragauskas A.J. Mechanism of dielectric-barrier discharge initiated wet-strength development. *Journal of applied polymer science*, 98 (2005) 2219-22
- [269] <http://www.sciencefrance.com/techniques/xps/XPS.html>
- [270] Wang J, Chen P., Lu C., Chen H., Li H., Sun B. Influence of aging behavior of Armos fiber after oxygen plasma treatment on its composite interfacial properties. *Surface & Coatings Technology* 203 (2009), 3722-3727
- [271] Awaja F., Pigram P.J. Surface molecular characterisation of different epoxy resin composites subjected to UV accelerated degradation using XPS and ToF-SIMS. *Polymer Degradation and Stability* 94 (2009), 651-658
- [272] Er-Rifai I. Polymérisation et greffages induits par plasma froid basse pression de composés organophosphorés et fluorés pour l'amélioration des performances retard au feu du polyamide 6. Thèse, Université Lille 1
- [273] Popovici C., Saykova I., Tylkowski B. Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de génie industriel* 4 (2009) 25-39
- [274] R. Zhong et B-R. Zhao, Synthesis and Characterization of tetradecakis-(2,6-O-allyl)- β -CD. *Chinese Journal of Synthetic Chemistry* 11 (1) (2003) 76-79
- [275] <http://www.ineris.fr/fr>
- [276] Zhang D., Sun Q., Wadsworth L.C. Mechanism of corona treatment on polyolefin films. *Polymer Engineering and Science* 38 (1998) 965-970
- [277] Hillborg H., Karlsson S., Gedde U.W. Characterization of low molar siloxanes extracted from crosslinked polydimethylsiloxanes exposed to corona discharge. *Polymer* 42 (2001) 8883-8889
- [278] Leroux F., Campagne C., Perwuelz A., Gengembre L. Polypropylene film chemical and physical modifications by dielectric barrier discharge plasma treatment at atmospheric pressure. *Journal of Colloid and Interface Science* 328 (2008) 412-420
- [279] Wu L.Y.L., Soutar A.M., Zeng X.T. Increasing hydrophobicity of sol-gel hard coatings by chemical and morphological modifications. *Surface & Coatings Technology* 198 (2005) 420-424
- [280] Han T. Y., Shr J.F., Wu C. F., Hsieh C.T. A modified Wenzel model for hydrophobic behavior of nanostructured surfaces. *Thin Solid Films* 515 (2007) 4666-4669
- [281] Ding L., Li Y., Jia Di., Deng J., Yang W. β -Cyclodextrin-based oil-absorbents: Preparation, high oil adsorbency and reusability. *Carbohydrate Polymers* 83 (2011) 1990-1996

CONCLUSION GENERALE

Les travaux menés au cours de cette thèse dans le cadre du projet ANR 08-ECOT-011 Poudrabois portaient dans un premier temps sur un aspect technologique. L'objectif visé était d'optimiser le procédé de finition du matériau bois et de ses dérivés par des vernis et des peintures poudres pour en favoriser son développement au sein de la filière. Il était de ce fait important de dégager les facteurs influents tant au niveau du dépôt de la poudre sur le support, la préparation de celui-ci ou encore la cuisson (fusion+ polymérisation). Cela a été rendu possible en mettant en œuvre une méthodologie basée sur les plans d'expériences de type Taguchi pour limiter le nombre d'essais à réaliser compte-tenu du nombre important de variables.

Il ressort de ces études que le processus de finition poudre est extrêmement complexe et nécessite de nombreux ajustements en fonction du type d'installation, de la nature de la poudre (résine de base, fluidité, granulométrie...), de celle du substrat (bois massifs ou panneaux) et des caractéristiques physicochimiques de ce dernier (porosité, humidité, densité, rugosité, composition...). Nous avons mis en évidence certaines limites du procédé et montré qu'il s'agit là d'une véritable mise e œuvre sur-mesure.

Concernant la cuisson, nous sommes parvenus à déterminer les réglages optimaux pour appliquer des finitions poudres sur du MDF, des panneaux dérivés du bois et du bois massif. En général, nous avons obtenu une belle qualité des feuil et cela pour les deux types de technologies, poudres thermiques ou polymérisant sous UV. Cette dernière technologie paraît la plus attractive à bien des égards (réduction du coût énergétique, de l'impact environnemental...) même si certaines améliorations peuvent encore y être apportées (élimination des émissions de rayonnement UV-C par utilisation de sources d'irradiation monochromatique sous LED).

D'un point de vue un peu plus fondamental, nous avons cherché à caractériser les phénomènes aux interfaces substrat bois/finition Cette étude menée au moyen d'une technique originale, la microtomographie X, a montré que la profondeur de pénétration d'une finition poudre dans différentes essences de bois résineux et feuillus est généralement inférieure à celle de finitions liquides en phase solvant et aqueuse du fait de sa viscosité importante à l'état fondu et d'une étape de durcissement très rapide. Cependant, des substrats à texture grossière (chêne par exemple) semblent bien adaptés à ce type de procédé de finition.

CONCLUSION GENERALE

Pour élargir l'utilisation des poudres à des applications en extérieur, nous avons voulu tester la résistance de substrats finis face aux intempéries. Des essais de vieillissement accéléré sur différents dispositifs (roue de dégradation, enceinte QUV) ont permis de dégager certains paramètres qu'il faudrait modifier prioritairement afin de limiter les dégradations mécaniques, physicochimiques et esthétiques des feuil. Il s'agit notamment de l'abaissement de la température de transition vitreuse (sans pour autant amoindrir le taux de réticulation).

Dans un deuxième temps, nous nous sommes intéressés à la fonctionnalisation des revêtements poudres pour répondre aux demandes actuelles du marché de l'ameublement en cherchant à conférer aux feuil soit des propriétés antibactériennes soit des propriétés de rétention de COV par ajout d'entités adsorbantes.

Pour ce qui est du premier objectif visé, une argile de type Beidellite a tout d'abord été substituée par des ions Ag^+ puis ajoutée à de la poudre. L'activité bactérienne des revêtements obtenus par la méthode de spin casting a ensuite été évaluée. Il s'est avéré que les feuil formés présentent une activité bactériostatique à bactéricide selon la souche bactérienne testée et cela sans trop altérer les propriétés physiques des films.

La deuxième voie de fonctionnalisation a principalement consisté à déposer des entités adsorbantes de type zéolites ou β -cyclodextrines (ces dernières ont été modifiées par substitution de leurs groupements hydroxyles par des groupements allyles ou acrylates) après une activation « propre » de la surface des feuil sous décharge corona. D'après les premiers résultats obtenus, les substrats ainsi finis semblent présenter des propriétés intéressantes vis-à-vis de la dépollution de l'air intérieur mais d'autres fonctionnalités pourraient être envisagées dans l'avenir si tant est que le « greffage » des adsorbants est pérenne, ce qu'il reste à démontrer.

Les recherches portant sur la fonctionnalisation relèvent actuellement davantage d'un travail exploratoire qu'il est prévu d'approfondir.

VALORISATION SCIENTIFIQUE ET INDUSTRIELLE DE LA THÈSE

COMMUNICATIONS ORALES :

« Développement de la finition poudre sur bois et dérivés du bois »

Journée Innovation dans l'ameublement, société Ecofia, Raves, 25 septembre 2009

J. Bessières¹, N. Mailly⁴

« Projet ANR POUDRABOIS-Développement de la finition poudre sur bois et matériaux dérivés du bois »

Journée scientifique CPER-LERMAB, ENSTIB, Epinal, 11 mai 2010

J. Bessières, A. Merlin¹, B. George¹, S. Molina¹, E. Masson³

« Projet ANR POUDRABOIS-Développement de la finition poudre sur bois et matériaux dérivés du bois »

Séminaire de l'école doctorale RP2E 2011, UHP Nancy, 20 janvier 2011

J. Bessières

« Influence du traitement corona sur les finitions poudres appliquées sur les matériaux dérivés du bois en vue de leur fonctionnalisation »

Techno-dating Pôle Fibres – Nouveaux traitements des matériaux fibreux, ENSISA Mulhouse, 14 avril 2011

J. Bessières, B. George, E. Masson, A. Merlin, S. Molina

CONFERENCES NATIONALES ET INTERNATIONALES :

« Finitions Poudres UV pour substrats sensibles à la chaleur »

Polyray 2010, Mons Belgique, 31 mars et 01 avril 2010

V. Maurin², J. Bessières, C. Croutxé-Barghorn², X. Allonas², A. Merlin, B. George

« Projet ANR POUDRABOIS-Développement de la finition poudre sur bois et matériaux dérivés du bois »

Matériaux 2010, colloque 1 : Génie civil et habitat du futur, Nantes, 18-22 octobre 2010

J. Bessières, A. Merlin, B. George, S. Molina, E. Masson, N. Mailly

« Développement de la finition poudre sur bois et dérivés du bois »

Polyray 2011, Epinal, 05 -06 avril 2011

J. Bessières, V. Maurin, A. Merlin, B. George, S. Molina, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas

« Les poudres UV: vers des revêtements fonctionnels »

PolyRay 2011, Epinal, 05 -06 avril 2011

V. Maurin, J. Bessières, J. Brendlé, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, A. Merlin

« UV powder coatings: towards functional wood coatings »

Eurofillers International Conference 2011, Dresden -Germany, 21-25 août 2011

V. Maurin, X. Allonas, C. Croutxé-Barghorn, J. Bessières, A. Merlin

« *Development of powder coatings on wood materials* »

Euromat 2011, Montpellier, 12-15 septembre 2011

J. Bessières, A. Merlin, B. George, S. Molina, E. Masson, V. Maurin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas

« *UV powders for wood coatings* »

Radtech Europe 2011, Basel-Switzerland, 18-21 octobre 2011

V. Maurin, J. Brendlé⁵, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, J. Bessières, A. Merlin

« *Wood coatings by UV powders* »

WoodChem 2011, Strasbourg, 01-02 décembre 2011

V. Maurin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, J. Bessières, A. Merlin, E. Masson

COMMUNICATIONS PAR AFFICHE :

« *Développement de la finition poudre sur des supports à base de bois* »

Séminaire de l'école doctorale RP2E 2010, UHP, Nancy, 28 janvier 2010

J. Bessières, E. Masson, N. Mailly, B. George, A. Merlin et S. Molina

« *Développement de la finition poudre sur des supports à base de bois* »

Colloque Polyray 2010, Mons-Belgique, 31 mars et 01 avril 2010

J. Bessières, V. Maurin, E. Masson, N. Mailly, B. George, A. Merlin, S. Molina, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas

« *Développement de la finition poudre sur des supports à base de bois* »

Journées Eco-technologies de l'ANR 2010, Nancy, 21 et 22 octobre 2010

J. Bessières, V. Maurin, E. Masson, N. Mailly, B. George, A. Merlin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas

« *Study of UV powder coatings for heat sensitive substrates* »

European Symposium of Photopolymer Science ESPS 2010, Mulhouse, 29 novembre et 01 décembre 2010

V. Maurin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, C. Ley, J. Bessières, A. Merlin

« *La finition poudre appliquée au bois et dérivés* »

Journées Eco-technologies de l'ANR 2011, Orléans, 8-10 novembre 2011

J. Bessières, V. Maurin, E. Masson, N. Mailly, B. George, A. Merlin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas

ACTES DE SEMINAIRES ET CONGRES :

« *Développement de la finition poudre sur des supports à base de bois* »

Actes du séminaire de l'école doctorale RP2E 2010 (janvier 2010)

J. Bessières, E. Masson, N. Mailly, B. George, A. Merlin

« *Développement de la finition poudre sur bois et matériaux dérivés du bois* »

Proceeding Matériaux 2010 (octobre 2010)

J. Bessières, A. Merlin, B. George, S. Molina, E. Masson, N. Mailly

« *UV powders for wood coatings* »

Proceeding RadTech Europe 2011 (octobre 2011)

V. Maurin, X. Allonas, C. Croutxé-Barghorn, J. Bessières, A. Merlin

PUBLICATIONS :

« *Wood coating layers studies by X-ray imaging* »

A paraître dans “**Wood Science and Technology**” (2012)

J. Bessières, V. Maurin, B. George, S. Molina, E. Masson, A. Merlin

« *Wood coating by UV powders* »

A paraître dans “**Cellulose Chemistry and Technology**” (2012)

V. Maurin, J. Bessières, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, A. Merlin, E. Masson

« *Development of powder coating on wooden substrates* »

Soumission dans « **Maderas : Ciencia y Tecnologia**” (juin 2010, non acceptée)

J. Bessières, A. Merlin, B. George, S. Molina, E. Masson

« *UV powder coatings containing synthetic Ag-beidellite for antibacterial properties* »

Soumission à « **New Journal of Chemistry** » (novembre 2011, non acceptée)

Soumission prochaine à « **European Polymer Journal** »

V. Maurin, C. Croutxé-Barghorn, X. Allonas, J. Brendlé⁵, J. Bessières, A. Merlin, E. Masson

¹ Laboratoire d'Études et de Recherches sur le Matériau Bois (LERMAB), Université Henri Poincaré-Nancy 1, Boulevard des Aiguillettes, BP70239, 54506 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex, France

² Laboratoire de Photochimie et d'Ingénierie Macromoléculaire (LPIM, ex DPG), Université de Haute Alsace, 3 rue Alfred Werner, 68093 Mulhouse Cedex, France

³ Centre Régional d'Innovation et de Transferts Technologiques Filière Bois (CrittBois), 27 rue Philippe Séguin - BP 91067, 88051 Epinal Cedex 9, France

⁴ Société ECOFIA (vernisser-laqueur), zone d'activité 88520 Raves, France

⁵ Institut de Science des Matériaux de Mulhouse, Equipe Matériaux à Porosité Contrôlée, CNRS-LRC 7228, ENSCMu, Université de Haute-Alsace, 3 rue Alfred Werner, 68093 Mulhouse Cedex, France

ANNEXES

ANNEXE A. EXIGENCES REQUISES POUR LES FINITIONS DE MOBILIER PROFESSIONNEL D'INTERIEUR	5
ANNEXE B. TABLEAU DES FACTEURS ET MODALITES	6
ANNEXE C. ETUDE EN DSC DES POUDRES UTILISEES DANS LES ESSAIS.....	7
Annexe C.1. Poudre 700LB vert 674	7
Annexe C.2. Poudre 340UV blanc 657	8
Annexe C.3. Poudre 700LB gris RAL 7021	9
Annexe C.4. Poudre 640UV rouge RAL 3020.....	9
Annexe C.5. Poudre 700LB violet 100	10
Annexe C.6. Poudre 640UV vert spécial métal.....	11
ANNEXE D. RESULTATS GLOBAUX DES ESSAIS DE POUDRAGE.....	12
Annexe D.1. Table Taguchi L27 (313): 7 facteurs et 3 interactions à 3 niveaux.....	12
Annexe D.2. Détails des résultats de poudrage par numéro d'expérience	12
Annexe D.3. Résultats de poudrage globaux	20
Annexe D.4. Effets des facteurs pour le MDF conducteur.....	21
Annexe D.5. Effets des facteurs pour le MDF standard.....	21
Annexe D.6. Effets des facteurs pour le MDF dense	21
Annexe D.7. Criblage des essais de poudrage Ecofia	22
ANNEXE E. VALIDITE DES FACTEURS DE POUDRAGE DONNANT LE GRAMMAGE MAXIMAL	24
Annexe E.1. Vérification pour le MDF conducteur	24
Annexe E.2. Vérification pour le MDF standard	24
Annexe E.3. Vérification pour le MDF dense.....	25
ANNEXE F. RELATION GRAMMAGE DE POUDRE-EPAISSEUR DE FINITION.....	25
Annexe F.1. Conditions de préchauffage et de cuisson pour l'étude	25
Annexe F.2. Relation grammage-épaisseur pour le MDF dense.....	25
Annexe F.3. Relation grammage-épaisseur pour le MDF conducteur	26
Annexe F.4. Relation grammage-épaisseur pour le MDF standard	26
Annexe F.5. Relation grammage-épaisseur pour le MDF dense (bis)	27
Annexe F.6. Relation grammage-épaisseur pour le Multipli de bouleau	28
ANNEXE G. PARAMETRES DE POUDRAGE OPTIMAUX POUR UNE EPAISSEUR DE 100 µM.....	29
Annexe G.1. Combinaisons de facteurs de poudrages optimaux sans contrainte	29
Annexe G.2. Profilage de prévision avec contraintes sur les facteurs de poudrage	29
ANNEXE H. VERIFICATION DES PARAMETRES DE POUDRAGE POUR 100µM DE FINITION	30
Annexe H.1. Détermination des paramètres optimaux pou le MDF conducteur	30
Annexe H.2. Détermination des paramètres optimaux pour le MDF standard	32
Annexe H.3. Détermination des paramètres optimaux pour le MDF dense.....	34

ANNEXES

Annexe H.4. Détermination des paramètres optimaux pour le Multipli de bouleau	35
ANNEXE I. ETUDE DE DIFFERENTES POUDRES POUR OBTENIR 100µM DE FINITION.....	37
ANNEXE J. ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ACCROCHAGE DES PIÈCES	40
Annexe J.1. Profils de densité MDF ébénisterie et MDF médiland 19mm.....	40
Annexe J.2. Position des crochets pour l'étude de l'accrochage des pièces	41
Annexe J.3. Résultats généraux concernant le grammage de poudre.....	42
Annexe J.4. Confrontation avec l'accrochage qui permet un poudrage homogène	44
Annexe J.5. Résultats avec des dimensions de substrat différentes	46
ANNEXE K. ETUDE DES PARAMETRES DE POUDRAGE DU MATERIEL DU CRITTOBOIS.....	46
ANNEXE L. EFFETS DES PARAMETRES DU SUBSTRAT SUR L'ÉPAISSEUR DE FINITION	61
ANNEXE M. INFLUENCE DU PONÇAGE ET PRECHAUFFAGE DU SUBSTRAT SUR LE POUDRAGE	61
ANNEXE N. METHODE DES SOLUTIONS SALINES SATURÉES	62
ANNEXE O. INFLUENCE DES COMPOSES PHENOLIQUES SUR LE TAUX DE RETICULATION	66
ANNEXE P. PREMIERS ESSAIS SUR LES PARAMETRES DU SUBSTRAT.....	67
ANNEXE Q. VERIFICATION DES PARAMETRES DU SUBSTRAT SUR LA QUALITE DE FINITION.....	73
ANNEXE R. RESULTATS DES ESSAIS APRES AJUSTEMENT DES PARAMETRES DU SUBSTRAT.....	75
ANNEXE S. ETUDE PRELIMINAIRE DE LA CUISSON DES POUDRES	78
ANNEXE T. ETUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR DANS LE DOMAINE INDUSTRIEL (ECOFIA)	79
Annexe T.1. Epaisseur de finition poudre LB 700 verte sur le MDF	79
Annexe T.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec	80
Annexe T.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure.....	80
Annexe T.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone	81
Annexe T.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR.....	81
Annexe T.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface	96
Annexe T.7. Criblage des essais de cuisson IR Ecofia.....	100
Annexe T.8. Ajustement selon le critère des moindres carrés - cuisson IR Ecofia.....	103
Annexe T.9. Suivi thermique dans les fours IR à des vitesses différentes.....	105
Annexe T.10. Etude thermique des fours IR : impact des plaques ceramiques	107
Annexe T.11. Vérification des paramètres de cuisson IR sur d'autres poudres.....	109
ANNEXE U. ETUDE DE LA CUISSON DES POUDRES IR+UV DANS LE DOMAINE INDUSTRIEL (ECOFIA) ...	113
Annexe U.1. Plan expérimental choisi.....	113
Annexe U.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec.....	114
Annexe U.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure	115
Annexe U.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone.....	115
Annexe U.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR	116
Annexe U.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface.....	131
Annexe U.7. Criblage des essais des paramètres de la cuisson IR+UV	134
Annexe U.8. Ajustement selon le critère des moindres carrés - cuisson IR+UV Ecofia	137

ANNEXES

Annexe U.9. Paramètres de la cuisson IR+UV optimisés sur la poudre 340UV blanc.....	139
Annexe U.10. Vérification des paramètres de cuisson IR+UV sur d'autres poudres	139
ANNEXE V. DETERMINATION DE LA CONVERSION PAR RMN DU SOLIDE	142
ANNEXE W. ETUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR (CRITT BOIS)	144
Annexe W.1. Grammage et épaisseur de la poudre 700LB grise RAL7021 sur MDF	145
Annexe W.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec	145
Annexe W.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure.....	146
Annexe W.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone	146
Annexe W.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR.....	147
Annexe W.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface	156
Annexe W.7. Criblage de l'influence des paramètres de la cuisson IR (crittbois).....	158
Annexe W.8. Ajustement du modèle selon le critère des moindres carrés	160
Annexe W.9. Paramètres de la cuisson IR optimisés sur la poudre 700LB gris	162
Annexe W.10. Vérification des paramètres de cuisson IR sur d'autres poudres.....	162
ANNEXE X. ETUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR+UV (CRITTBOIS)	170
Annexe X.1. Grammage et épaisseur finale de la poudre UV640 rouge sur MDF.....	171
Annexe X.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec.....	171
Annexe X.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure	172
Annexe X.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone.....	172
Annexe X.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR	172
Annexe X.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface	187
Annexe X.7. Criblage influence des paramètres de cuisson IR+UV (Crittbois).....	190
Annexe X.8. Ajustement selon la méthode des moindres carrés	193
Annexe X.9. Paramètres de cuisson IR+UV optimisés sur la poudre 640UV	195
Annexe X.10. Vérification de la cuisson IR+UV sur d'autres poudres UV.....	195
ANNEXE Y. EVALUATION DE LA RUGOSITE DU MDF- INTERFACE FINITION/SUBSTRAT	204
ANNEXE Z. SUBSTITUTION PAR DES GROUPEMENTS ALLYLES DES B-CYCLODEXTRINES ET CARACTERISATION.....	204
ANNEXE AA. SPECTRES RMN 1H DES B-CYCLODEXTRINES	205
Annexe AA.1. β -cyclodextrine initiale.....	205
Annexe AA.2. β -cyclodextrine modifiée par des groupements allyles	206
ANNEXE BB. EMISSIONS DE POLLUANTS PAR LE MDF ET LES FINITIONS	206
Annexe BB.1. Comparatif des émissions en aldéhydes entre le blanc et le MDF brut.....	206
Annexe BB.2. Tableaux récapitulatifs de la quantification des émissions en COV du MDF brut.....	208
Annexe BB.3. Evolution de la concentration en toluène au cours du temps pour le MDF brut	208
Annexe BB.4. Quantification des émissions en aldéhydes des différents systèmes MDF-finition.....	208
Annexe BB.5. Valeurs seuil de l'INERIS pour les polluants.....	209
Annexe BB.6. COV entrant dans la composition des finitions liquides	209
Annexe BB.7. Résultats des analyses GC-MS de la finition en phase solvant	210

ANNEXES

Annexe BB.8. Résultats des analyses GC-MS de la finition en phase aqueuse	212
Annexe BB.9. Résultats des analyses GC-MS de la finition poudre.....	214
ANNEXE CC. DUREE DE VIE DES RADICAUX LIBRES APRES TRAITEMENT CORONA	216
Annexe CC.1. Premiers essais (temps de 15s à 24h)	216
Annexe CC.2. Deuxièmes essais (temps de 15s à 2 minutes).....	217
ANNEXE DD. EFFET DU LAVAGE DES SURFACES SUR LE GREFFAGE DES ADSORBANTS – ANALYSE XPS	218
Annexe DD.1. Influence de l'éthanol sur la chimie de surface.....	218
Annexe DD.2. Effet du lavage sur le greffage de β -cyclodextrine	219
Annexe DD.3. Effet du lavage sur le greffage de la tétradécakis-(2,6-O-allyl)- β -cyclodextrine.....	219
ANNEXE EE. ESSAIS DE D'ASSAINISSEMENT DE L'AIR PAR INCORPORATION D'ADSORBANTS DANS LA RESINE MODELE	220
ANNEXE FF. ESSAIS DE D'ASSAINISSEMENT DE L'AIR PAR GREFFAGE D'ADSORBANTS SUR LE FEUIL DE FINITION POUFRE.....	220

Annexe A. EXIGENCES REQUISES POUR LES FINITIONS DE MOBILIER PROFESSIONNEL D'INTERIEUR

		Exigences techniques de la norme NF Mobilier Professionnel								
Essais	Support	Collectivités		Crèches		Education		Santé		
		Autres surfaces	Plan de travail	Autres surfaces	Plan de travail	Autres surfaces	Plan de travail	Autres surfaces	Plan de travail	
F1	Aspect	Tous supports	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	pour information <45 gloss	
F2	Luminance lumineuse	Stratifiés, PPSM	pour information		pour information		pour information		pour information	
		Bois plaqué/massif	pour information		pour information	0,15<y<0,75	pour information	0,15<y<0,75	pour information	
F3	Epaisseur du feuil	Stratifiés, PPSM								
		Bois plaqué/massif	pour information		pour information		pour information		pour information	
F4	Stabilité des teintes	Tous supports	échelle des bleus n°6/ échelle des gris i>=3		échelle des bleus n°6/ échelle des gris i>=3		échelle des bleus n°6/ échelle des gris i>=3		échelle des bleus n°6/ échelle des gris i>=3	
F5	Chocs thermiques	Stratifiés, PPSM								
		Bois plaqué/massif	Aucune craquelure+ bonne adhérence (F20)		Aucune craquelure+ bonne adhérence (F20)		Aucune craquelure+ bonne adhérence (F20)		Aucune craquelure+ bonne adhérence (F20)	
F6	Chaleur sèche	Tous supports	T=16h/ aucune détérioration visible		T=16h/ aucune détérioration visible		T=16h/ aucune détérioration visible		T=16h/ aucune détérioration visible	
F7	Chaleur humide	Stratifiés, PPSM	pour information	d>=4	pour information		pour information		pour information	d>=4
		Bois plaqué/massif	pour information	d>=4	pour information	d>=4	pour information	d>=4	pour information	d>=4
F12	Cigarette	Stratifiés, PPSM	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation.						Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation.	
		Bois plaqué/massif	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation.		Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation		Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation		Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation.	
F13 et F14	Produits alimentaires froids, domestiques, ménagers, pharmaceutiques et alimentaires chauds	Tous supports	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation	d>=4	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation	d>=4	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation	d>=4	Si d<4, doit être indiqué sur la doc. technique et la notice d'utilisation	d>=4
F16	Choc	Stratifiés, PPSM	pas de rupture ou craquelure sur 80% des chutes réalisées		pas de rupture ou craquelure sur 80% des chutes réalisées		pas de rupture ou craquelure sur 80% des chutes réalisées		pas de rupture ou craquelure sur 80% des chutes réalisées	
			H= 25cm (500 g)	H= 40cm	H= 25cm (500 g)	H= 40cm	H= 25cm (500 g)	H= 40cm	H= 25cm (500 g)	H= 40cm
		Bois plaqué/massif	H= 25cm (110g)		H= 25cm (110g)		H= 25cm (110g)		H= 25cm (110g)	
		H= 25cm (500g)	H= 40 (haute résistance) à 50cm	H= 25cm (500g)	H= 50cm	H= 25cm (500g)	H= 50cm	H= 25cm (500g)	H= 50cm	
F18	Abrasion	Stratifiés, PPSM	N>=350 tr		N>=350 tr		N>=350 tr		N>=350 tr	
		Bois plaqué/massif	N>=50 tr	N>=150 à 350 tr	N>=50 tr	N>=350 tr	N>=50 tr	N>=350 tr	N>=50 tr	N>=350 tr
F19	Rayure	Stratifiés, PPSM	degré 1	degré 2	degré 1	degré 2	degré 1	degré 2	degré 1	degré 2
		Bois plaqué/massif	F>=0,8 N	F>=1,5 à 2 N	F>=0,8 N	F>=2 N	F>=0,8 N	F>=2 N	F>=0,8 N	F>=2 N
F20	Adhérence	Stratifiés, PPSM								
		Bois plaqué/massif	d<=2		d<=2		d<=2		d<=2	

Tableau des exigences requises pour les finitions de mobilier de collectivité, crèche, éducation et santé

ANNEXES

ESSAIS		Plan de travail	Façade et extérieur de meuble	Intérieur de meuble	
Résistance aux chocs – bille 500 g (1) (6)		Hauteur de chute sans rupture : 65 cm Ø empreinte ≤ 1 cm	Pas d'exigence	Pas d'exigence	
Résistance aux chocs – bille 110 g (1)		Sur vernis et laque uniquement Hauteur de chute sans rupture de film 50 cm	40 cm	Pas d'exigence	
Stabilité des teintes à la lumière artificielle Exposition : Bleu n°6		Contraste Gris : « légère variation » de coloris admise	NF Exigence ≥ 4 NF Référence > 3	Pas d'exigence	
Résistance à l'abrasion	Revêtement ou Finition à usure moyenne ≤ 200 tours	Usure moyenne ≥ 350 tours	Usure moyenne : NF Exigence ≥ 80 tours Ou Pi ≥ 40 tours NF Référence ≥ 50 tours		
	Stratifié		Usure moyenne ≥ 100 tours		
	Chants type transfert - recouvrant la face sur plus de 2 cm de largeur		≥ 50 tours		
	Test non réalisé sur revêtement ou finition d'épaisseur supérieure à 250 µ - sans décor et teinté dans la masse				
Résistance à la rayure		≥ 2 Newtons	Partie horizontale : ≥ 0,8 N Partie verticale : ≥ 0,6 N ou ≥ 0,5 N pour finition brillante (> 65 gloss, laquée ou vernie)	Pas d'exigence	
Résistance aux liquides froids	Produits alimentaires : éthanol 48 % , vin rouge, acide citrique 10 %		Degré = 5 (3)	Degré ≥ 3 (3)	Pas d'exigence
	Produits domestiques et ménagers	eau javel 2,6% ca break up 3 %	Degré = 5 (3)	Degré ≥ 3 (3)	Pas d'exigence
		encre stylo bille noire	Degré ≥ 3 (3)	Pas d'exigence	Pas d'exigence
		acétone (sur vernis et laque)	10 va et vient degré ≥ 3 (3)	Pas d'exigence	Pas d'exigence
Résistance aux liquides alimentaires chauds (80 °C) : café		Degré = 5 (3)	Degré ≥ 3 (3)	Pas d'exigence	
Résistance superficielle à 180 °C		Degré ≥ 3 (4)	Pas d'exigence	Pas d'exigence	
Résistance aux chocs thermiques		Sur vernis et laque uniquement 15 Cycles : pas de détérioration de la finition			
Adhérence par quadrillage avant et après chocs thermiques		Sur vernis et laque uniquement Classe ≤ 2		Pas d'exigence	
Adhérence pour revêtement papier décor		sans quadrillage : classe ≤ 1 sur le support avec quadrillage : classe ≤ 2 sur le support			
Tenue des collages des faces et des chants		Phase 2 – Procédure 1 – 3 cycles (70°C) (2) Bonne tenue aux cycles physiques et bonne adhérence			

Tableau des exigences requises pour les finitions de mobilier de cuisine

Annexe B. TABLEAU DES FACTEURS ET MODALITES

Thème	Facteur	n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Type de substrat	MDF	0	standard	dense	conducteur	M1
	CP	0	Hêtre	Peuplier	Bouleau	Okoumé
	PP	0				
	OSB	0				
	Bois massif	0	Hêtre Douglas	Chêne Mélèze	Châtaignier Okoumé	Sapin Framiré

Ayous

Thème	Facteur	n°	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4
Caractéristiques de la pièce	Epaisseur (mm)	1	9 - 10	15 - 16	18 - 19	21 - 22 / 25
	Taille (mm)	2	300 × 600	600 × 1000		
	Humidité (%)	3	6%	9%	11%	13%
	Profondeur Rainurage (mm)	4	1/4 épaisseur	1/2 épaisseur	1/3 épaisseur	1/4 épaisseur
	Largeur Rainurage (mm)	5	8	12	18	36
	Ponçage (nbre de grains/cm²)	6	P80	P120	P180	P220
	Accrochage de la pièce	7	chant	face		
Préchauffage	T° préchauffage (°C)	8	90	120	140	210
	Puissance lampes (%)	9	35	50	65	100

ANNEXES

Poudrage	Distance pistolets (cm)	10	10	15	20
	Débit poudre (g/min)	11	10	20	30
	Venturi (N/m ³)	12	3,5	4	4,5
	Intensité (mA)	13	10	30	50
	Tension (KV)	14	40	55	70
	Vitesse de balayage (%)	15	11	21	31
	Nombre de contre-électrodes	16	0	4	8
Cuisson IR	Vitesse d'avance (m/min)	17	1,2	1,6	2
	Nombre de fours IR	18	2	3	4
	Température des fours IR (°C)	19	65	70	75
	Puissance des fours IR (%)	20	30	50	60
	Ventilation des fours IR (%)	21	40	60	80
Rayonnement UV	Longueur d'onde (nm)	22	340	640	
	Nombre de robots UV	23	2	3	4
	Vitesse de balayage UV (%)	24	40	50	60
	Puissance de ventilation (%)	25	60	80	100
	Vitesse d'avance (m/min)	26	1,2	1,6	2
Refroidissement	Vitesse d'avance (m/min)	27	1,2	1,6	2
	Puissance ventilation (%)	28	60	80	100

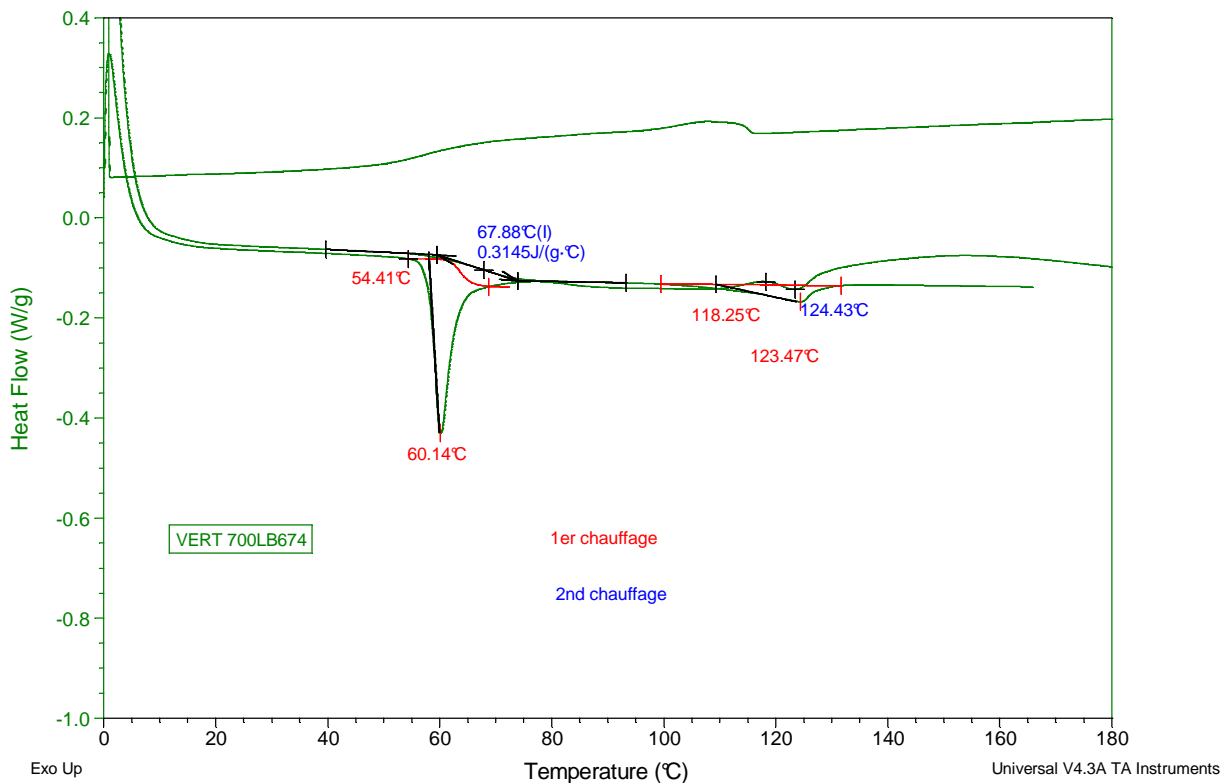
Annexe C. ETUDE EN DSC DES POUDRES UTILISEES DANS LES ESSAIS

Annexe C.1. Poudre 700LB vert 674

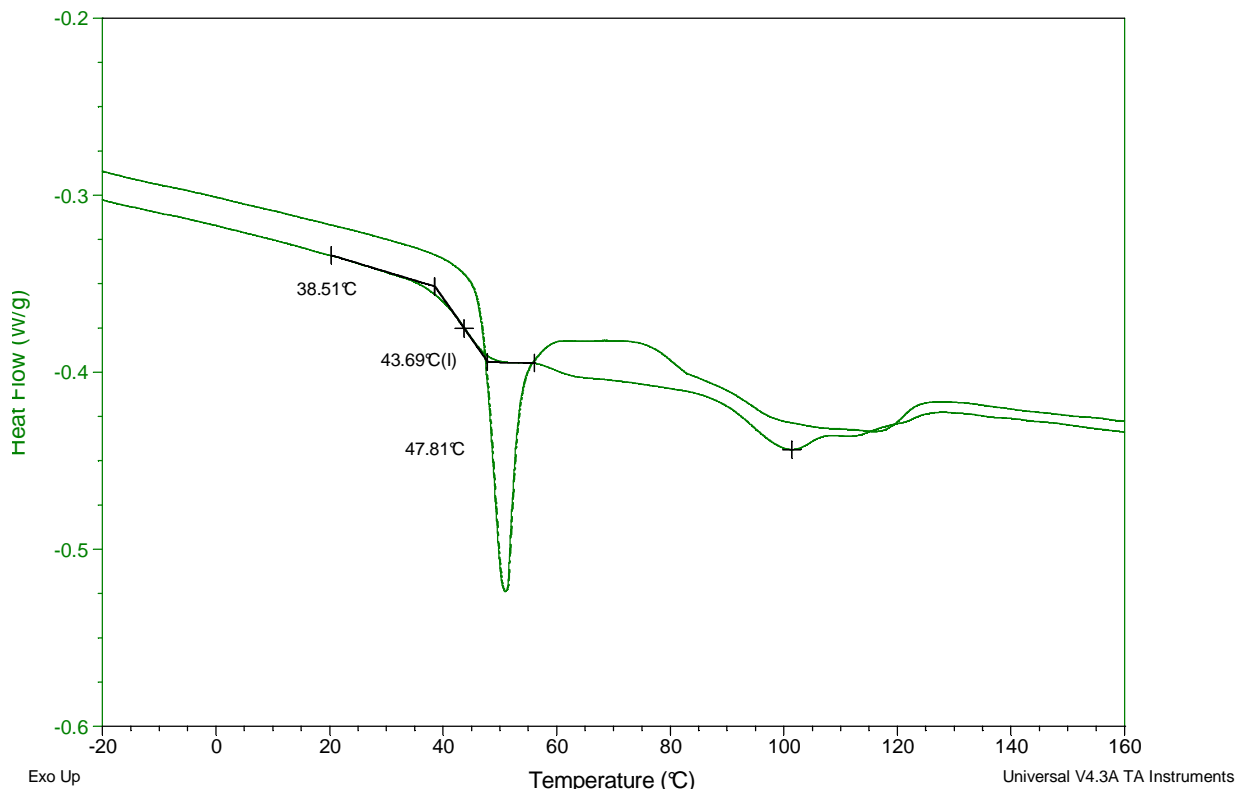
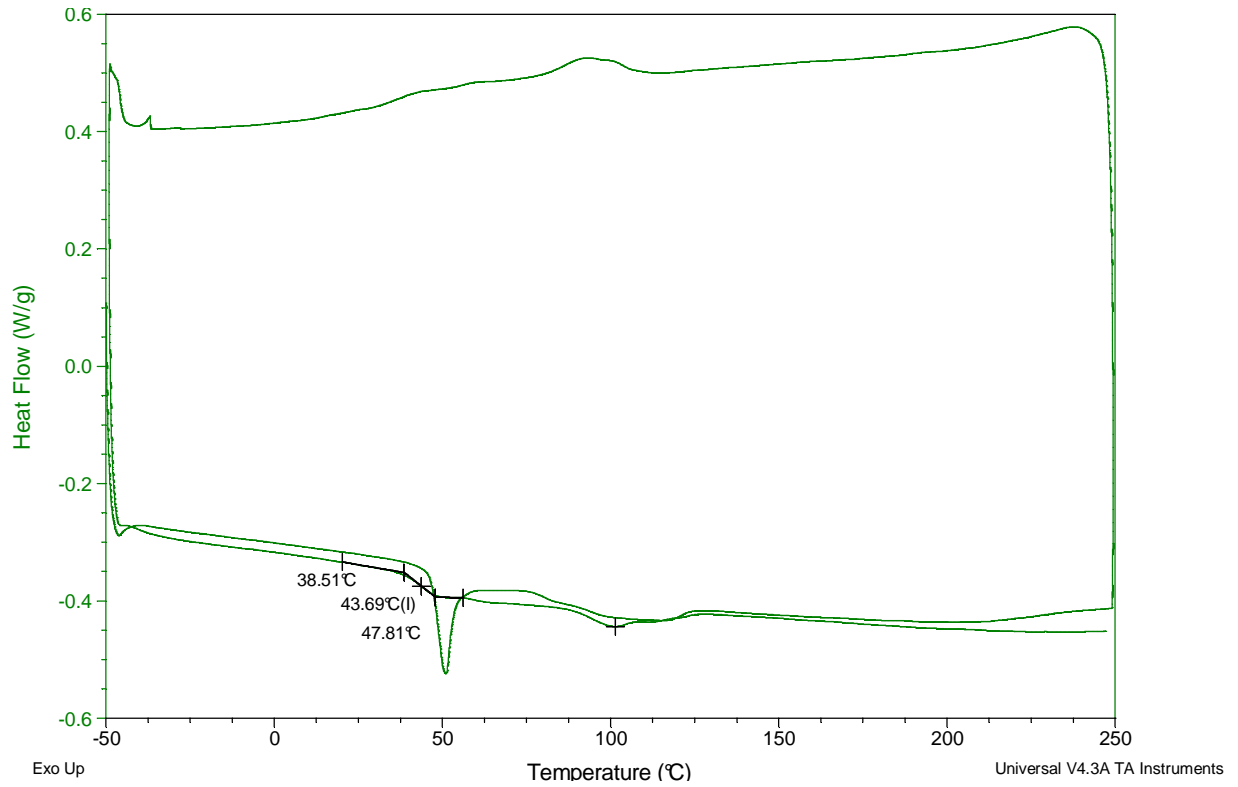
Sample: 121011 Julia Echantillon Vert 70
 Size: 4.3730 mg
 Method: Heat/Cool/Heat

DSC

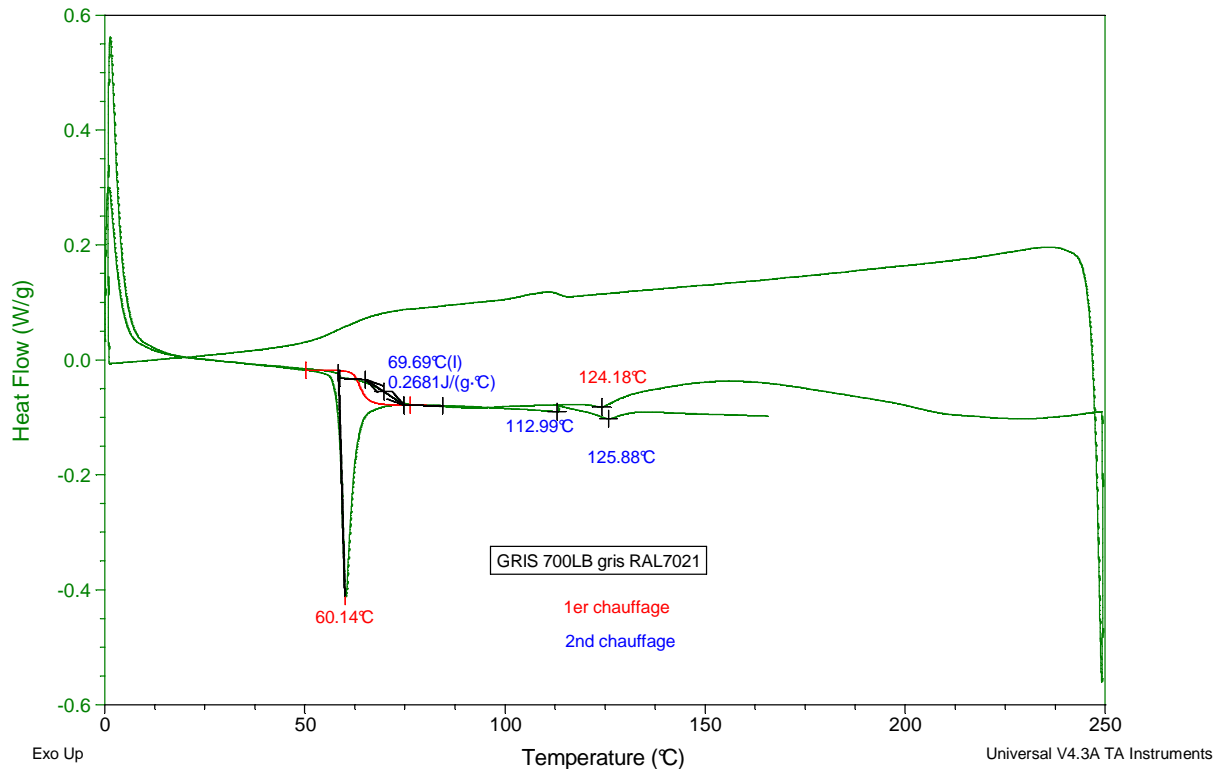
File: 121011 Julia Echantillon Vert 700.001
 Operator: VM
 Run Date: 12-Oct-2011 09:17
 Instrument: DSC Q200 V23.5 Build 72



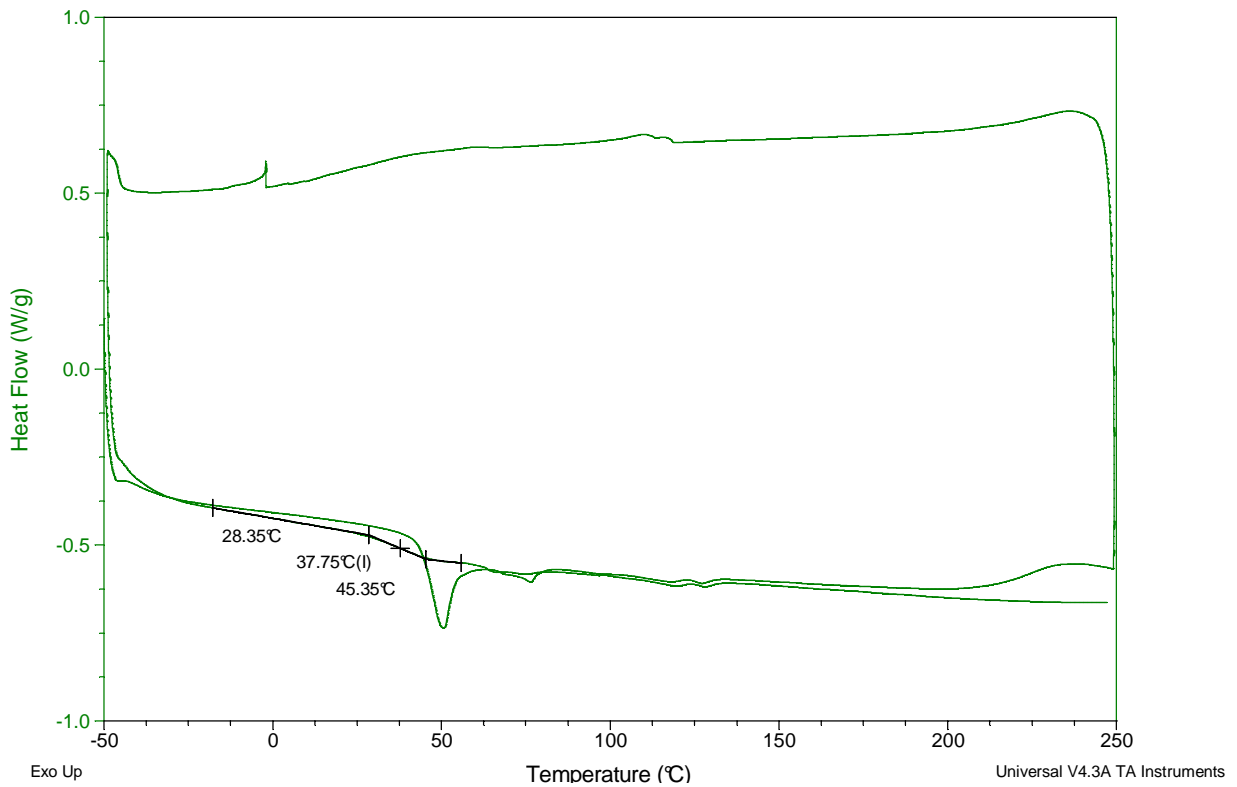
Annexe C.2. Poudre 340UV blanc 657



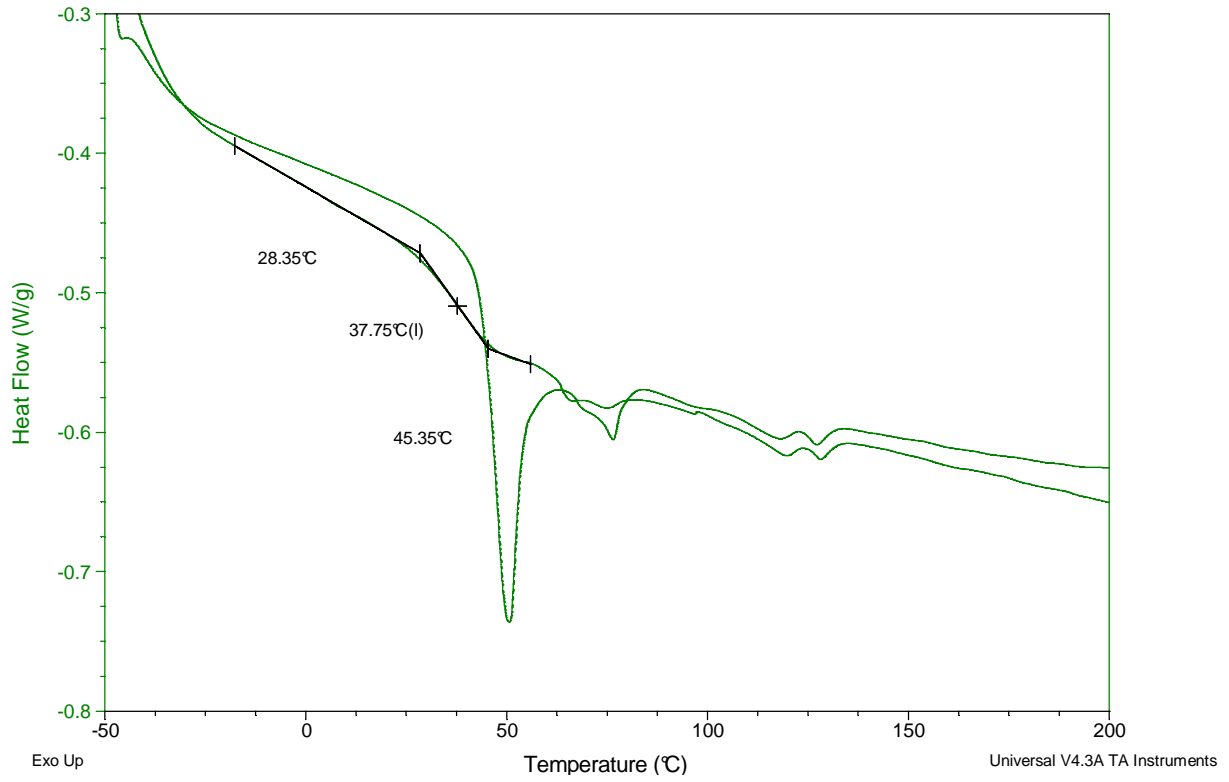
Annexe C.3. Poudre 700LB gris RAL 7021



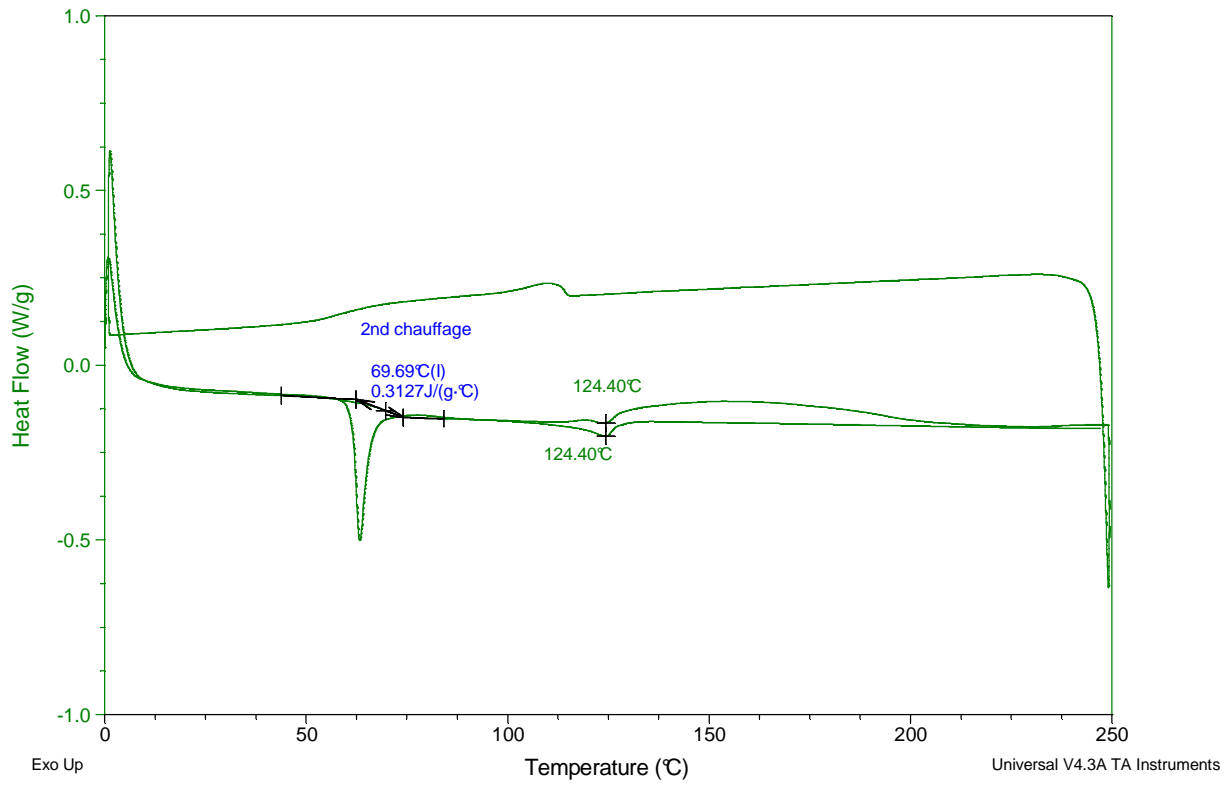
Annexe C.4. Poudre 640UV rouge RAL 3020



ANNEXES



Annexe C.5. Poudre 700LB violet 100

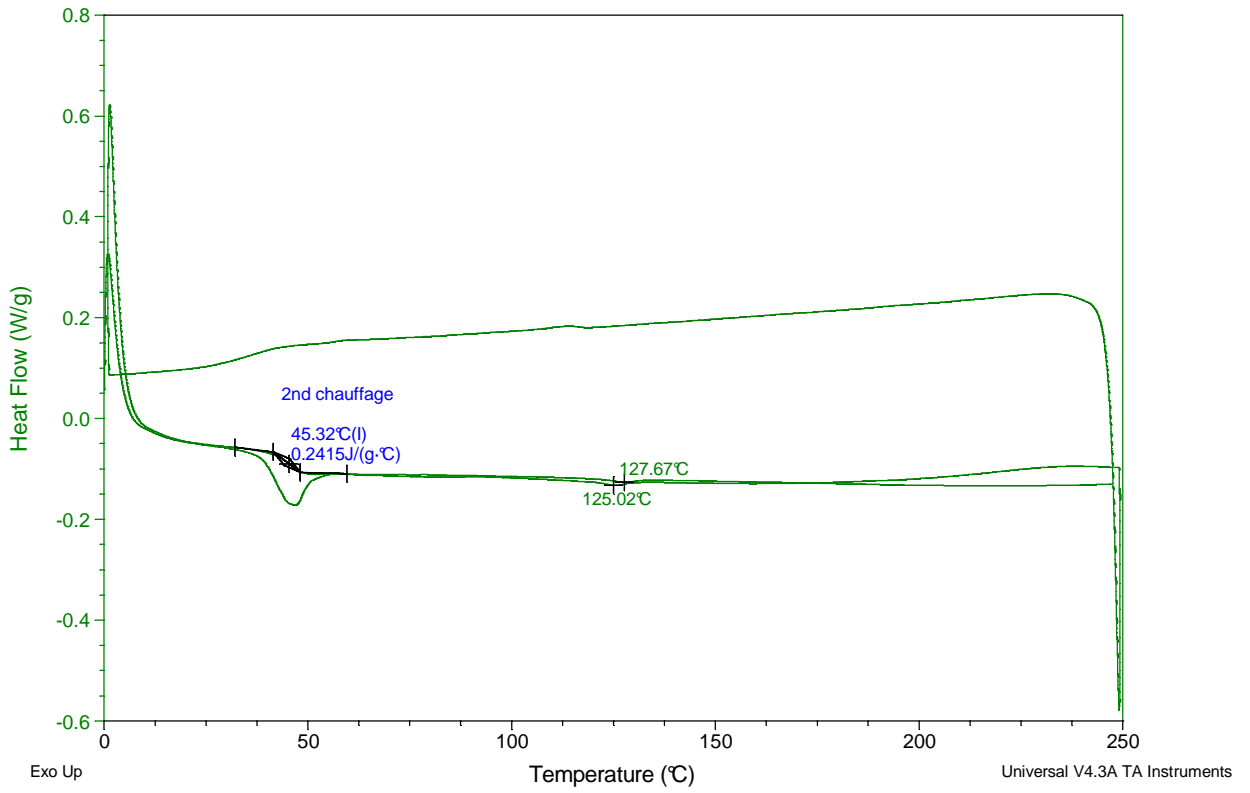


Annexe C.6. Poudre 640UV vert spécial métal

Sample: 211011 Julia Echantillon Vert LD
Size: 4.5320 mg
Method: Heat/Cool/Heat

DSC

File: 211011 Julia Echantillon Vert LD76117...
Operator: VM
Run Date: 21-Oct-2011 10:26
Instrument: DSC Q200 V23.5 Build 72



ANNEXES

Annexe D. RESULTATS GLOBAUX DES ESSAIS DE POUDRAGE

Annexe D.1. Table Taguchi L₂₇ (3¹³): 7 facteurs et 3 interactions à 3 niveaux

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Essais	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2
3	1	1	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3
4	1	2	2	2	1	1	1	2	2	2	3	3	3
5	1	2	2	2	2	2	2	3	3	3	1	1	1
6	1	2	2	2	3	3	3	1	1	1	2	2	2
7	1	3	3	3	1	1	1	3	3	3	2	2	2
8	1	3	3	3	2	2	2	1	1	1	3	3	3
9	1	3	3	3	3	3	3	2	2	2	1	1	1
10	2	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
11	2	1	2	3	2	3	1	2	3	1	2	3	1
12	2	1	2	3	3	1	2	3	1	2	3	1	2
13	2	2	3	1	1	2	3	2	3	1	3	1	2
14	2	2	3	1	2	3	1	3	1	2	1	2	3
15	2	2	3	1	3	1	2	1	2	3	2	3	1
16	2	3	1	2	1	2	3	3	1	2	2	3	1
17	2	3	1	2	2	3	1	1	2	3	3	1	2
18	2	3	1	2	3	1	2	2	3	1	1	2	3
19	3	1	3	2	1	3	2	1	3	2	1	3	2
20	3	1	3	2	2	1	3	2	1	3	2	1	3
21	3	1	3	2	3	2	1	3	2	1	3	2	1
22	3	2	1	3	1	3	2	2	1	3	3	2	1
23	3	2	1	3	2	1	3	3	2	1	1	3	2
24	3	2	1	3	3	2	1	1	3	2	2	1	3
25	3	3	2	1	1	3	2	3	2	1	2	1	3
26	3	3	2	1	2	1	3	1	3	2	3	2	1
27	3	3	2	1	3	2	1	2	1	3	1	3	2

Annexe D.2. Détails des résultats de poudrage par numéro d'expérience

Expérience 0 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1303,03	1303,05	1303,02	1303,06	1303,06	1303,04	1303,07	1303,06	1303,01
M initiale avec plateau (g)	2420,12	2420,71	2430,24	2324,34	2322,43	2310,78	2392,92	2384,16	2402,42
M initiale sans plateau (g)	1117,09	1117,66	1127,22	1021,28	1019,37	1007,74	1089,85	1081,10	1099,41
M après chauffage (g)	2417,22	2417,84	2427,51	2321,36	2319,32	2307,92	2390,22	2381,23	2399,57
x% Minitiale plateau	0,12	0,12	0,11	0,13	0,13	0,12	0,11	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	Moyenne MDFc: 0,12			Moyenne MDFn: 0,13			Moyenne MDFd: 0,12		

Expérience 1 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFs 1	MDFs 2	MDFs 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1303,18	1303,13	1303,06	1303,03	1303,02	1303,04	1303,06	1303,03	1303,08
M initiale avec plateau (g)	2432,14	2431,88	2427,58	2310,78	2338,80	2310,78	2406,90	2389,12	2482,91
M initiale sans plateau (g)	1128,96	1124,52	1007,75	1035,78	1035,78	1007,74	1103,84	1086,09	1179,83
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2455,93	2452,94	2453,24	2359,33	2388,56	2355,58	2428,83	2409,70	2499,93
M poudre (g)	26,69	23,96	28,55	51,30	52,55	47,55	24,80	23,43	19,98
% poudre par rapport à Minitiale	2,36	2,13	2,83	4,95	5,07	4,72	2,25	2,16	1,69
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	164,75	147,89	176,26	316,69	324,37	293,55	153,08	144,62	123,33
	Moyenne MDFc: 162,97			Moyenne MDFs: 311,54			Moyenne MDFd: 140,34		

ANNEXES

Expérience 2 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,96	1303,03	1302,98	1302,97	1302,94	1303,03	1303,00	1303,05	1303,00
M initiale avec plateau (g)	2427,87	2429,49	2429,77	2308,38	2333,37	2308,13	2404,67	2400,21	2386,69
M initiale sans plateau (g)	1124,91	1126,46	1126,79	1005,41	1030,43	1005,10	1101,67	1097,16	1083,69
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2445,32	2449,89	2455,15	2325,14	2347,40	2321,89	2418,56	2414,43	2403,94
M poudre (g)	20,34	23,30	25,38	16,76	14,03	13,76	13,89	14,22	17,25
% poudre par rapport à Minitiale	1,81	2,07	2,25	1,67	1,36	1,37	1,26	1,30	1,59
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	125,58	143,80	156,67	103,46	86,60	84,94	85,74	87,78	106,48
Moyenne MDFc :	142,02			Moyenne MDFs :	91,67			Moyenne MDFd :	93,33

Expérience 3 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,98	1303,00	1303,03	1302,94	1303,08	1303,03	1303,04	1303,01	1303,04
M initiale avec plateau (g)	2415,55	2425,33	2415,32	2319,85	2336,72	2318,45	2389,01	2383,15	2380,20
M initiale sans plateau (g)	1112,57	1122,33	1112,29	1016,91	1033,64	1015,42	1085,97	1080,14	1077,16
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2430,04	2441,65	2430,11	2327,42	2345,17	2325,31	2397,54	2393,39	2392,41
M poudre (g)	17,37	16,32	14,79	7,57	8,45	6,86	8,53	10,24	12,21
% poudre par rapport à Minitiale	1,56	1,45	1,33	0,74	0,82	0,68	0,79	0,95	1,13
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	107,22	100,74	91,30	46,73	52,16	42,35	52,65	63,21	75,37
Moyenne MDFc :	99,75			Moyenne MDFs :	47,08			Moyenne MDFd :	63,74

Expérience 4 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,96	1302,94	1303,02	1303,01	1302,99	1302,94	1302,96	1303,03	1303,01
M initiale avec plateau (g)	2423,98	2427,71	2426,81	2306,85	2330,56	2326,71	2402,94	2398,73	2385,32
M initiale sans plateau (g)	1121,02	1124,77	1123,79	1003,84	1027,57	1023,77	1099,98	1095,70	1082,31
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2441,23	2445,72	2443,83	2317,27	2339,74	2335,88	2415,95	2412,65	2400,13
M poudre (g)	20,14	18,01	17,02	10,42	9,18	9,17	13,01	13,92	14,81
% poudre par rapport à Minitiale	1,80	1,60	1,51	1,04	0,89	0,90	1,18	1,27	1,37
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	124,32	111,17	105,06	64,32	56,67	56,60	80,31	85,93	91,42
Moyenne MDFc :	113,52			Moyenne MDFs :	59,20			Moyenne MDFd :	85,88

Expérience 5 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,98	1302,99	1302,97	1303,00	1302,97	1303,05	1303,01	1302,97	1302,97
M initiale avec plateau (g)	2423,29	2414,07	2414,78	2334,70	2318,81	2316,98	2385,18	2387,86	2379,02
M initiale sans plateau (g)	1120,31	1111,08	1111,81	1031,70	1015,84	1013,93	1082,17	1084,89	1076,05
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2462,48	2453,75	2455,31	2355,44	2342,97	2338,32	2417,37	2420,10	2412,28
M poudre (g)	42,08	39,68	40,53	20,74	24,16	21,34	32,19	32,24	33,26
% poudre par rapport à Minitiale	3,76	3,57	3,65	2,01	2,38	2,10	2,97	2,97	3,09
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	259,74	244,94	250,19	128,02	149,14	131,73	198,70	199,01	205,31
Moyenne MDFc :	251,62			Moyenne MDFs :	136,30			Moyenne MDFd :	201,01

ANNEXES

Expérience 6 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1303,06	1303,01	1302,94	1303,01	1302,94	1302,94	1302,98	1302,98	1302,97
M initiale avec plateau (g)	2426,12	2424,85	2426,27	2330,07	2305,22	2305,38	2396,12	2401,83	2384,17
M initiale sans plateau (g)	1123,06	1121,84	1123,33	1027,06	1002,28	1002,44	1093,14	1098,85	1081,20
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2456,96	2454,98	2457,48	2346,34	2322,31	2320,57	2414,91	2423,39	2405,15
M poudre (g)	33,73	30,13	31,21	16,27	17,09	15,19	18,79	21,56	20,98
% poudre par rapport à Minitiale	3,00	2,69	2,78	1,58	1,71	1,52	1,72	1,96	1,94
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	208,22	185,99	192,65	100,43	105,49	93,77	115,99	133,09	129,51
Moyenne MDFc :	195,62			Moyenne MDFs :			99,90		
							Moyenne MDFd :		
							126,19		

Expérience 7 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,96	1302,93	1302,95	1302,95	1302,96	1302,94	1303,02	1302,95	1302,97
M initiale avec plateau (g)	2417,69	2428,42	2429,07	2321,57	2306,42	2308,15	2390,76	2399,88	2404,48
M initiale sans plateau (g)	1114,73	1125,49	1126,12	1018,62	1003,46	1005,21	1087,74	1096,93	1101,51
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2436,92	2448,88	2447,78	2328,06	2311,92	2315,14	2401,40	2409,45	2412,32
M poudre (g)	22,11	20,46	18,71	6,49	5,50	6,99	10,64	9,57	7,84
% poudre par rapport à Minitiale	1,98	1,82	1,66	0,64	0,55	0,70	0,98	0,87	0,71
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	136,49	126,30	115,49	40,06	33,95	43,15	65,68	59,07	48,40
Moyenne MDFc :	126,09			Moyenne MDFs :			39,05		
							Moyenne MDFd :		
							57,72		

Expérience 8 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,93	1302,91	1302,95	1302,96	1302,95	1303,00	1302,90	1302,91	1303,02
M initiale avec plateau (g)	2427,97	2418,19	2427,31	2332,33	2320,27	2337,49	2387,33	2382,54	2381,27
M initiale sans plateau (g)	1125,04	1115,28	1124,36	1029,37	1017,32	1034,49	1084,43	1079,63	1078,25
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2439,26	2429,26	2437,63	2338,52	2327,01	2343,73	2394,15	2389,94	2387,35
M poudre (g)	14,18	11,07	10,32	6,19	6,74	6,24	6,82	7,40	6,08
% poudre par rapport à Minitiale	1,26	0,99	0,92	0,60	0,66	0,60	0,63	0,69	0,56
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	87,56	68,33	63,70	38,21	41,60	38,52	42,10	45,68	37,53
Moyenne MDFc :	73,20			Moyenne MDFs :			39,44		
							Moyenne MDFd :		
							41,77		

Expérience 9 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,99	1303,00	1302,98	1302,99	1303,00	1302,97	1302,96	1302,99	1303,01
M initiale avec plateau (g)	2427,50	2425,38	2419,20	2305,82	2304,78	2311,18	2391,95	2398,96	2401,09
M initiale sans plateau (g)	1124,51	1122,38	1116,22	1002,83	1001,78	1008,21	1088,99	1095,97	1098,08
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2471,90	2467,78	2465,23	2334,99	2339,32	2338,97	2425,58	2436,42	2428,99
M poudre (g)	47,29	42,40	46,03	29,17	34,54	27,79	33,63	37,46	27,90
% poudre par rapport à Minitiale	4,21	3,78	4,12	2,91	3,45	2,76	3,09	3,42	2,54
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	291,93	261,73	284,14	180,06	213,21	171,54	207,59	231,23	172,22
Moyenne MDFc :	279,27			Moyenne MDFs :			188,27		
							Moyenne MDFd :		
							203,68		

ANNEXES

Expérience 10 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,95	1302,98	1302,99	1303,03	1302,93	1302,98	1302,94	1302,97	1302,96	
M initiale avec plateau (g)	2425,26	2418,31	2425,61	2335,12	2317,88	2329,03	2378,81	2379,81	2385,07	
M initiale sans plateau (g)	1122,31	1115,33	1122,62	1032,09	1014,95	1026,05	1075,87	1076,84	1082,11	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2433,17	2433,13	2439,52	2343,66	2326,22	2336,71	2390,48	2390,39	2394,46	
M poudre (g)	10,80	14,82	13,91	8,54	8,34	7,68	11,67	10,58	9,39	
% poudre par rapport à Minitiale	0,96	1,33	1,24	0,83	0,82	0,75	1,08	0,98	0,87	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	66,67	91,48	85,86	52,72	51,48	47,41	72,04	65,31	57,96	
Moyenne MDFc :	81,34			Moyenne MDFs :			50,53		Moyenne MDFd :	65,10

Expérience 11 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,97	1302,97	1302,92	1302,96	1302,97	1302,93	1302,97	1303,00	1302,94	
M initiale avec plateau (g)	2413,07	2425,69	2424,03	2317,47	2305,81	2302,25	2400,80	2387,11	2396,32	
M initiale sans plateau (g)	1110,10	1122,72	1121,11	1014,51	1002,84	999,32	1097,83	1084,11	1093,38	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2447,46	2460,36	2459,92	2337,96	2327,19	2320,87	2429,87	2414,88	2423,57	
M poudre (g)	37,27	34,67	35,89	20,49	21,38	18,62	29,07	27,77	27,25	
% poudre par rapport à Minitiale	3,36	3,09	3,20	2,02	2,13	1,86	2,65	2,56	2,49	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	230,04	214,01	221,54	126,48	131,98	114,94	179,44	171,42	168,21	
Moyenne MDFc :	221,86			Moyenne MDFs :			124,47		Moyenne MDFd :	173,02

Expérience 12 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,99	1303,02	1302,93	1302,91	1302,94	1302,97	1302,96	1302,91	1302,91	
M initiale avec plateau (g)	2423,58	2413,63	2423,68	2333,14	2316,01	2328,45	2377,13	2378,19	2383,17	
M initiale sans plateau (g)	1120,59	1110,61	1120,75	1030,23	1013,07	1025,48	1074,17	1075,28	1080,26	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2450,18	2441,14	2450,79	2342,73	2325,77	2338,58	2392,42	2393,88	2397,73	
M poudre (g)	29,49	27,51	27,11	9,59	9,76	10,13	15,29	15,69	14,56	
% poudre par rapport à Minitiale	2,63	2,48	2,42	0,93	0,96	0,99	1,42	1,46	1,35	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	182,03	169,81	167,35	59,20	60,25	62,53	94,38	96,85	89,88	
Moyenne MDFc :	173,06			Moyenne MDFs :			60,66		Moyenne MDFd :	93,70

Expérience 13 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1303,00	1303,00	1302,95	1302,95	1302,94	1302,91	1302,94	1302,95	1302,96	
M initiale avec plateau (g)	2424,12	2411,31	2422,55	2302,52	2315,85	2301,57	2386,07	2399,56	2395,27	
M initiale sans plateau (g)	1121,12	1108,31	1119,60	999,57	1012,91	998,66	1083,13	1096,61	1092,31	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2445,40	2437,13	2449,20	2310,52	2324,16	2309,02	2399,85	2412,30	2409,49	
M poudre (g)	24,17	25,82	26,65	8,00	8,31	7,45	13,78	12,74	14,22	
% poudre par rapport à Minitiale	2,16	2,33	2,38	0,80	0,82	0,75	1,27	1,16	1,30	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	149,19	159,38	164,51	49,38	51,30	45,99	85,06	78,64	87,78	
Moyenne MDFc :	157,69			Moyenne MDFs :			48,89		Moyenne MDFd :	83,83

ANNEXES

Expérience 14 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,94	1302,94	1302,95	1302,94	1302,91	1302,94	1302,93	1302,90	1302,90	
M initiale avec plateau (g)	2421,23	2411,98	2421,98	2331,50	2314,44	2326,93	2375,65	2376,77	2382,41	
M initiale sans plateau (g)	1118,29	1109,04	1119,03	1028,56	1011,53	1023,99	1072,72	1073,87	1079,51	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2438,03	2433,18	2439,87	2338,08	2322,18	2335,53	2383,59	2385,00	2394,53	
M poudre (g)	19,69	21,20	17,89	6,58	7,74	8,60	7,94	8,23	12,12	
% poudre par rapport à Minitiale	1,76	1,91	1,60	0,64	0,77	0,84	0,74	0,77	1,12	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	121,52	130,86	110,43	40,62	47,78	53,09	49,01	50,80	74,81	
Moyenne MDFc :	120,94			Moyenne MDFs :	47,16			Moyenne MDFd :	58,21	

Expérience 15 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,91	1302,94	1302,91	1302,95	1302,97	1302,93	1303,01	1302,93	1302,93	
M initiale avec plateau (g)	2423,93	2410,11	2421,70	2301,66	2314,93	2300,99	2385,40	2398,93	2394,63	
M initiale sans plateau (g)	1121,02	1107,17	1118,79	998,71	1011,96	998,06	1082,39	1096,00	1091,70	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2451,25	2435,73	2448,70	2311,46	2323,87	2309,74	2404,12	2416,82	2414,26	
M poudre (g)	30,21	25,62	27,00	9,80	8,94	8,75	18,72	17,89	19,63	
% poudre par rapport à Minitiale	2,69	2,31	2,41	0,98	0,88	0,88	1,73	1,63	1,80	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	186,48	158,15	166,67	60,49	55,19	54,01	115,56	110,43	121,17	
Moyenne MDFc :	170,43			Moyenne MDFs :	56,56			Moyenne MDFd :	115,72	

Expérience 16 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,92	1302,94	1303,04	1302,90	1302,96	1302,87	1302,93	1302,96	1302,96	
M initiale avec plateau (g)	2421,29	2411,13	2420,31	2326,13	2313,96	2330,82	2382,06	2376,35	2375,02	
M initiale sans plateau (g)	1118,37	1108,19	1117,27	1023,23	1011,00	1027,95	1079,13	1073,39	1072,06	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2442,15	2434,16	2445,83	2333,69	2323,71	2340,31	2395,39	2391,44	2388,81	
M poudre (g)	23,75	23,03	25,52	7,56	9,75	9,49	13,33	15,09	13,79	
% poudre par rapport à Minitiale	2,12	2,08	2,28	0,74	0,96	0,92	1,24	1,41	1,29	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	146,58	142,16	157,53	46,67	60,19	58,58	82,28	93,15	85,12	
Moyenne MDFc :	148,76			Moyenne MDFs :	55,14			Moyenne MDFd :	86,85	

Expérience 17 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	
Masse plateau vide (g)	1302,97	1302,93	1302,91	1302,94	1303,01	1302,92	1302,94	1302,98	1302,91	
M initiale avec plateau (g)	2422,00	2408,70	2420,37	2300,24	2313,54	2299,88	2384,33	2395,91	2393,53	
M initiale sans plateau (g)	1119,03	1105,77	1117,46	997,30	1010,53	996,96	1081,39	1092,93	1090,62	
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12	
M finale avec plateau (g)	2442,64	2427,89	2441,57	2307,69	2319,37	2304,98	2397,23	2405,95	2406,19	
M poudre (g)	23,53	19,19	21,20	7,45	5,83	5,10	12,90	10,04	12,66	
% poudre par rapport à Minitiale	2,10	1,74	1,90	0,75	0,58	0,51	1,19	0,92	1,16	
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	
Fixation de poudre (g/m ²)	145,23	118,46	130,86	45,99	35,99	31,48	79,63	61,98	78,15	
Moyenne MDFc :	131,52			Moyenne MDFs :	37,82			Moyenne MDFd :	73,25	

ANNEXES

Expérience 18 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,97	1302,93	1302,91	1302,91	1302,89	1302,92	1302,96	1302,89	1302,95
M initiale avec plateau (g)	2409,64	2419,47	2418,69	2312,39	2326,03	2328,50	2375,05	2382,45	2373,76
M initiale sans plateau (g)	1106,67	1116,54	1115,78	1009,48	1023,14	1025,58	1072,09	1079,56	1070,81
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2429,18	2437,96	2439,11	2318,57	2332,17	2333,99	2389,13	2392,14	2385,84
M poudre (g)	22,41	18,49	20,42	6,18	6,14	5,49	14,08	9,69	12,08
% poudre par rapport à Minitiale	2,03	1,66	1,83	0,61	0,60	0,54	1,31	0,90	1,13
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	138,35	114,14	126,05	38,15	37,90	33,89	86,91	59,81	74,57
Moyenne MDFc :	126,18			Moyenne MDFs :			36,65		
							Moyenne MDFd :		
							73,77		

Expérience 19 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,91	1302,93	1302,82	1302,97	1302,92	1302,93	1302,93	1303,03	1302,94
M initiale avec plateau (g)	2407,99	2420,73	2418,95	2312,25	2298,85	2298,59	2396,76	2383,26	2391,13
M initiale sans plateau (g)	1105,08	1117,80	1116,13	1009,28	995,93	995,66	1093,83	1080,23	1088,19
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2426,21	2441,20	2438,56	2318,10	2306,35	2303,79	2409,83	2397,14	2404,87
M poudre (g)	21,09	20,47	19,61	5,85	7,50	5,20	13,07	13,88	13,74
% poudre par rapport à Minitiale	1,91	1,83	1,76	0,58	0,75	0,52	1,19	1,28	1,26
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	130,19	126,36	121,05	36,11	46,30	32,10	80,68	85,68	84,81
Moyenne MDFc :	125,86			Moyenne MDFs :			38,17		
							Moyenne MDFd :		
							83,72		

Expérience 20 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,94	1302,94	1302,95	1302,91	1302,98	1302,96	1302,96	1302,96	1302,98
M initiale avec plateau (g)	2417,31	2408,33	2418,64	2319,05	2314,08	2323,74	2372,77	2373,92	2379,79
M initiale sans plateau (g)	1114,37	1105,39	1115,69	1016,14	1011,10	1020,78	1069,81	1070,96	1076,81
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2428,80	2422,89	2434,16	2321,12	2315,51	2325,12	2379,52	2382,61	2387,11
M poudre (g)	14,37	14,56	15,52	2,07	1,43	1,38	6,75	8,69	7,32
% poudre par rapport à Minitiale	1,29	1,32	1,39	0,20	0,14	0,14	0,63	0,81	0,68
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	88,71	89,88	95,80	12,78	8,83	8,52	41,67	53,64	45,19
Moyenne MDFc :	91,46			Moyenne MDFs :			10,04		
							Moyenne MDFd :		
							46,83		

Expérience 21 (24/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,98	1302,92	1302,89	1302,86	1302,90	1302,94	1302,91	1302,94	1302,90
M initiale avec plateau (g)	2406,04	2419,35	2417,78	2311,08	2297,64	2297,62	2395,74	2382,24	2391,58
M initiale sans plateau (g)	1103,06	1116,43	1114,89	1008,22	994,74	994,68	1092,83	1079,30	1088,68
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2449,87	2466,71	2464,35	2329,60	2316,61	2314,73	2427,39	2414,59	2423,76
M poudre (g)	46,70	47,36	46,57	18,52	18,97	17,11	31,65	32,35	32,18
% poudre par rapport à Minitiale	4,23	4,24	4,18	1,84	1,91	1,72	2,90	3,00	2,96
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	288,26	292,35	287,47	114,32	117,10	105,62	195,37	199,69	198,64
Moyenne MDFc :	289,36			Moyenne MDFs :			112,35		
							Moyenne MDFd :		
							197,90		

ANNEXES

Expérience 22 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,95	1303,02	1302,92	1302,92	1303,01	132,98	1302,97	1303,03	1303,90
M initiale avec plateau (g)	2415,64	2424,48	2424,96	2317,44	2303,64	2302,74	2399,24	2396,99	2391,58
M initiale sans plateau (g)	1112,69	1121,46	1122,04	1014,52	1000,63	2169,76	1096,27	1093,96	1087,68
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2441,35	2458,26	2453,06	2329,59	2317,35	2313,10	2420,86	2416,59	2411,15
M poudre (g)	28,59	33,78	28,10	12,15	13,71	10,36	21,62	19,60	19,57
% poudre par rapport à Minitiale	2,57	3,01	2,50	1,20	1,37	0,48	1,97	1,79	1,80
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	176,48	208,52	173,46	75,00	84,63	63,95	133,46	120,99	120,80
Moyenne MDFc :	186,15			Moyenne MDFs :			74,53		
							Moyenne MDFd :		
							125,08		

Expérience 23 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1303,03	1303,03	1302,99	1302,96	1302,97	1303,00	1303,03	1303,01	1302,96
M initiale avec plateau (g)	2417,23	2424,26	2422,03	2317,44	2328,58	2331,42	2377,82	2385,30	2376,93
M initiale sans plateau (g)	1114,20	1121,23	1119,04	1014,48	1025,61	1028,42	1074,79	1082,29	1073,97
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2434,02	2446,88	2438,99	2326,69	2337,64	2337,93	2387,90	2400,39	2390,75
M poudre (g)	19,67	22,62	16,96	9,25	9,06	6,51	10,08	15,09	13,82
% poudre par rapport à Minitiale	1,77	2,02	1,52	0,91	0,88	0,63	0,94	1,39	1,29
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	121,43	139,63	104,69	57,10	55,93	40,19	62,22	93,15	85,31
Moyenne MDFc :	121,92			Moyenne MDFs :			51,07		
							Moyenne MDFd :		
							80,23		

Expérience 24 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1303,05	1302,93	1302,92	1302,97	1302,96	1303,05	1302,40	1302,98	1302,89
M initiale avec plateau (g)	2421,20	2413,03	2423,15	2302,02	2315,21	2300,95	2384,81	2396,34	2395,20
M initiale sans plateau (g)	1118,15	1110,10	1120,23	999,05	1012,25	997,90	1082,41	1093,36	1092,31
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2437,83	2434,36	2446,36	2306,20	2322,73	2305,22	2394,91	2404,93	2406,42
M poudre (g)	19,52	21,33	23,21	4,18	7,52	4,27	10,10	8,59	11,22
% poudre par rapport à Minitiale	1,75	1,92	2,07	0,42	0,74	0,43	0,93	0,79	1,03
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	120,47	131,67	143,27	25,80	46,42	26,36	62,35	53,02	69,26
Moyenne MDFc :	131,80			Moyenne MDFs :			32,86		
							Moyenne MDFd :		
							61,54		

Expérience 25 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,92	1302,87	1302,92	1302,95	1302,93	1302,95	1303,01	1302,94	1302,88
M initiale avec plateau (g)	2420,34	2414,58	2419,71	2326,38	2314,66	2330,53	2382,76	2375,57	2374,96
M initiale sans plateau (g)	1117,42	1111,71	1116,79	1023,43	1011,73	1027,58	1079,75	1072,63	1072,08
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2438,73	2437,42	2442,67	2334,98	2322,80	2339,51	2394,96	2386,27	2385,10
M poudre (g)	21,27	22,84	22,96	8,60	8,14	8,98	12,20	10,70	10,14
% poudre par rapport à Minitiale	1,90	2,05	2,06	0,84	0,80	0,87	1,13	1,00	0,95
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	131,33	140,99	141,73	53,09	50,25	55,43	75,31	66,05	62,59
Moyenne MDFc :	138,01			Moyenne MDFs :			52,92		
							Moyenne MDFd :		
							67,98		

ANNEXES

Expérience 26 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1		MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,92	1302,86	1302,94	1302,94	1302,93	1302,30	1302,95	1302,92	1302,92
M initiale avec plateau (g)	2411,06	2421,65	2421,64	2313,73	2300,51	2299,65	2395,95	2382,61	2393,64
M initiale sans plateau (g)	1108,14	1118,79	1118,70	1010,79	997,58	997,35	1093,00	1079,69	1090,72
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2451,15	2465,48	2464,79	2331,29	2317,77	2315,90	2424,72	2414,62	2424,10
M poudre (g)	42,96	43,83	43,15	17,56	17,26	16,25	28,77	32,01	30,46
% poudre par rapport à Minitiale	3,88	3,92	3,86	1,74	1,73	1,63	2,63	2,96	2,79
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	265,21	270,56	266,36	108,40	106,54	100,31	177,59	197,59	188,02
	Moyenne MDFc :		267,37	Moyenne MDFs :		105,08	Moyenne MDFd :		187,74

Expérience 27 (28/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFn 1	MDFn 2	MDFn 3	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3
Masse plateau vide (g)	1302,10	1302,97	1302,85	1302,94	1302,95	1302,92	1302,97	1303,02	1302,89
M initiale avec plateau (g)	2420,52	2412,98	2418,51	2325,22	2313,53	2329,50	2381,64	2374,63	2374,96
M initiale sans plateau (g)	1118,42	1110,01	1115,66	1022,28	1010,58	1026,58	1078,67	1071,61	1072,07
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,13	0,13	0,13	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2444,14	2436,77	2442,94	2335,19	2323,40	2339,82	2395,54	2388,48	2388,89
M poudre (g)	26,51	23,79	24,43	9,97	9,87	10,32	13,90	13,85	13,93
% poudre par rapport à Minitiale	2,37	2,14	2,19	0,98	0,98	1,01	1,29	1,29	1,30
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	163,61	146,85	150,80	61,54	60,93	63,70	85,80	85,49	85,99
	Moyenne MDFc :		153,76	Moyenne MDFs :		62,06	Moyenne MDFd :		85,76

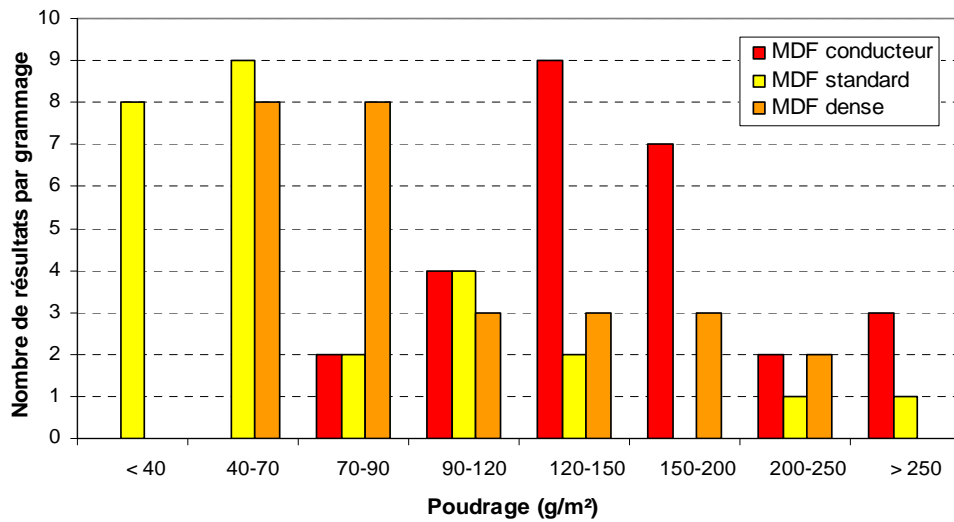
Annexe D.3. Résultats de poudrage globaux

Essais	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	Moyenne	Etendue	MDFs 1	MDFs 2	MDFs 3	Moyenne	Etendue	MDFd 1	MDFd 2	MDFd 3	Moyenne	Etendue	
1	164,75	147,89	176,26	162,97	28,36	316,69	324,37	293,55	311,54	30,82	153,08	144,62	123,33	140,34	29,75	
2	125,58	143,80	156,67	142,02	31,09	103,46	86,60	84,94	91,67	18,52	85,74	87,78	106,48	93,33	20,74	
3	107,22	100,74	91,30	99,75	15,92	46,73	52,16	42,35	47,08	9,81	52,65	63,21	75,37	63,74	22,72	
4	124,32	111,17	105,06	113,52	19,25	64,32	56,67	56,60	59,20	7,72	80,31	85,93	91,42	85,88	11,11	
5	259,74	244,94	250,19	251,62	14,81	128,02	149,14	131,73	136,30	21,11	198,70	199,01	205,31	201,01	6,60	
6	208,22	185,99	192,65	195,62	22,23	100,43	105,49	93,77	99,90	11,73	115,99	133,09	129,51	126,19	17,10	
7	136,49	126,30	115,49	126,09	21,00	40,06	33,95	43,15	39,05	9,20	65,68	59,07	48,40	57,72	17,28	
8	87,56	68,33	63,70	73,20	23,85	38,21	41,60	38,52	39,44	3,40	37,53	45,68	37,53	40,25	8,15	
9	291,93	261,73	284,14	279,27	30,21	171,54	213,21	231,23	205,33	59,69	207,59	231,23	172,22	203,68	59,01	
10	66,67	91,48	85,86	81,34	24,81	52,72	51,48	47,41	50,53	5,31	72,04	65,31	57,96	65,10	14,07	
11	230,04	214,01	221,54	221,86	16,03	126,48	131,98	114,94	124,47	17,04	179,44	171,42	168,21	173,02	11,23	
12	182,03	169,81	167,35	173,06	14,68	59,20	60,25	62,53	60,66	3,33	94,38	96,85	89,88	93,70	6,98	
13	149,19	159,38	164,51	157,69	15,31	49,38	51,30	45,99	48,89	5,31	85,06	78,64	87,78	83,83	9,14	
14	121,52	130,86	110,43	120,94	20,43	40,62	47,78	53,09	47,16	12,47	49,01	50,80	74,81	58,21	25,80	
15	186,48	158,15	166,67	170,43	28,33	60,49	55,19	54,01	56,56	6,48	115,56	110,43	121,17	115,72	10,74	
16	146,58	142,16	157,53	148,76	15,37	46,67	60,19	58,58	55,14	13,52	82,28	93,15	85,12	86,85	10,86	
17	145,23	118,46	130,86	131,52	26,77	45,99	35,99	31,48	37,82	14,51	79,63	61,98	78,15	73,25	17,65	
18	138,35	114,14	126,05	126,18	24,21	38,15	37,90	33,89	36,65	4,26	86,91	59,81	74,57	73,77	27,10	
19	130,19	126,36	121,05	125,86	9,14	36,11	46,30	32,10	38,17	14,20	80,68	85,68	84,81	83,72	5,00	
20	88,71	89,88	95,80	91,46	7,09	12,78	8,83	8,52	10,04	4,26	41,67	53,64	45,19	46,83	11,98	
21	288,26	292,35	287,47	289,36	4,88	114,32	117,10	105,62	112,35	11,48	195,37	199,69	198,64	197,90	4,32	
22	176,48	208,52	173,46	186,15	35,06	75,00	84,63	63,95	74,53	20,68	133,46	120,99	120,80	125,08	12,65	
23	121,43	139,63	104,69	121,92	34,94	57,10	55,93	40,19	51,07	16,91	62,22	93,15	85,31	80,23	30,93	
24	120,47	131,67	143,27	131,80	22,80	25,80	46,42	26,36	32,86	20,62	62,35	53,02	69,26	61,54	16,23	
25	131,33	140,99	141,73	138,01	10,40	53,09	50,25	55,43	52,92	5,19	75,31	66,05	62,59	67,98	12,72	
26	265,21	270,56	266,36	267,37	5,35	108,40	106,54	100,31	105,08	8,09	177,59	197,59	188,02	187,74	20,00	
27	163,61	146,85	150,80	153,76	16,76	63,70	85,80	85,49	78,33	22,10	85,80	85,49	85,99	85,76	0,49	
	moyenne MDFc:			158,58	19,97	moyenne MDFs:			77,88	13,99	moyenne MDFd:			102,68	16,31	

Légende:

< 40 g/m ²
40-70 g/m ²
70-90 g/m ²
90-120 g/m ²
120-150 g/m ²
150-200 g/m ²
200-250 g/m ²
> 250 g/m ²

ANNEXES



Histogramme de répartition des résultats des essais par catégorie de poudrage

Annexe D.4. Effets des facteurs pour le MDF conducteur

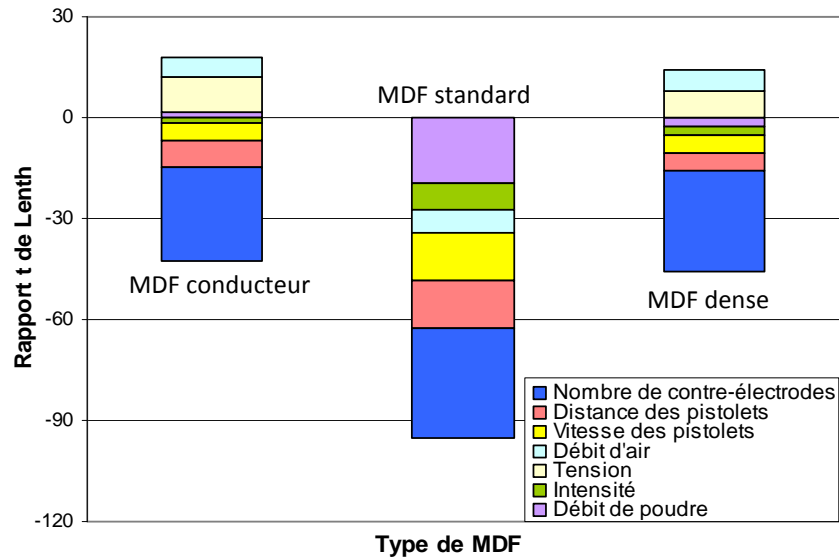
	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	160,45	154,19	139,01	156,99	137,82	150,33	157,77	148,90	145,10	143,57	158,20	168,60	219,75
	2	147,98	161,08	177,35	163,77	157,99	158,84	154,06	163,55	163,04	166,96	151,78	168,61	147,50
	3	167,30	160,46	159,37	154,97	179,91	166,55	160,35	163,28	167,58	143,57	165,74	136,56	108,47
Etendue	1	22,97	16,89	26,06	19,11	19,86	20,36	19,59	21,29	20,43	20,02	22,63	19,95	19,82
	2	20,66	23,69	16,04	15,97	20,04	18,85	21,29	21,67	23,41	18,70	19,37	21,01	21,32
	3	16,27	19,32	17,80	24,82	20,48	20,69	19,03	16,94	16,06	21,17	17,90	19,95	18,75

Annexe D.5. Effets des facteurs pour le MDF standard

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	114,39	94,05	82,04	93,25	81,11	81,09	88,09	85,77	86,30	58,92	106,12	99,59	131,25
	2	57,54	67,38	85,27	65,06	71,45	71,72	65,21	81,01	79,72	77,25	62,51	72,80	60,62
	3	61,71	72,20	66,33	75,33	81,08	80,82	74,79	66,86	67,62	58,92	65,00	61,05	41,76
Etendue	1	19,11	12,75	16,63	13,20	12,44	10,12	16,22	12,79	13,59	11,79	20,76	12,35	20,99
	2	9,14	13,67	11,29	11,42	12,92	13,48	10,80	17,73	16,20	17,57	11,84	11,30	12,87
	3	13,72	15,55	14,05	17,35	15,48	18,37	14,96	11,45	12,18	12,61	9,37	12,35	8,11

Annexe D.6. Effets des facteurs pour le MDF dense

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	112,46	106,41	88,68	99,63	88,50	97,99	101,74	99,32	89,25	92,69	110,20	108,02	159,04
	2	91,50	104,19	120,71	108,38	105,99	101,73	99,40	107,91	109,23	106,07	92,13	107,49	86,42
	3	104,09	97,44	98,65	100,04	113,56	108,32	104,91	100,82	109,57	92,69	105,71	90,58	62,59
Etendue	1	21,39	14,09	20,96	16,90	13,62	18,43	14,88	15,41	13,75	16,71	22,08	12,36	18,35
	2	14,84	15,59	11,15	12,41	17,01	10,07	12,30	18,16	20,14	19,53	14,32	17,67	13,92
	3	12,70	19,25	16,82	19,62	17,88	20,43	21,76	15,36	15,03	12,69	12,52	12,36	16,65

Annexe D.7. Criblage des essais de poudrage *Ecofia**Effets des facteurs du poudrage sur le grammage de poudre des trois types de MDF étudiés*

- **Analyse des résultats pour le MDF conducteur et le MDF dense :**

L'intensité du courant électrique n'a pas beaucoup d'influence car le poudrage est très peu modifié lorsque l'intensité augmente (MDF conducteur : 154-161-160 g/m², MDF dense : 106-104 -97 g/m² pour une intensité de 10-30-50 μA).

Le débit de poudre ainsi que le débit d'air semblent n'avoir qu'une influence relative sur le poudrage (rapport plus faible). En ce qui concerne le débit de poudre, on obtient par exemple pour le MDF conducteur 160-148-167 g/m² et pour le MDF dense 112-91,5-104 g/m² pour un débit de poudre de 10, 20 et 30 g/min. En considérant le débit d'air, le grammage de poudre évolue entre 145-163-168 g/m² pour le MDF conducteur et entre 89-109-109 g/m² pour le MDF dense alors que le débit d'air est de 3,5-4-4,5 Nm³/h.

La tension électrique, la vitesse des pistolets électrostatiques et leur distance par rapport aux échantillons jouent un rôle assez important sur la quantité de poudre. Plus la tension du courant électrostatique augmente, plus le grammage de poudre augmente, surtout entre 40 et 55 kV. (MDF conducteur : 88,5 à 113 g/m², MDF dense : 138 à 180 g/m² si on passe de 40 à 70 kV). A partir de 15 cm, plus la distance des pistolets augmente, plus le grammage diminue (MDF conducteur : de 108 à 91 g/m², MDF dense : 107 à 90 g/m² pour une distance allant de 15 à 20 cm). Des vitesses de pistolets de 11 et 31% donnent un grammage équivalent de 93 g/m² pour le MDF conducteur et de 143 g/m² pour le MDF dense, alors qu'une vitesse de 21 % donne un grammage moyen de 106 g/m² et 168 g/m² respectivement.

Le nombre de contre-électrodes posées sur les pistolets électrostatiques est très influent sur les résultats du poudrage. Plus le nombre de contre-électrodes augmente plus le grammage diminue (MDF conducteur : 220-147-108 g/m², MDF dense : 169-86-63 g/m² pour un nombre de contre-électrodes de 0/4, 2/4 à 4/4).

- **Analyse des résultats pour le MDF standard :**

La tension du courant électrique ne semble pas avoir vraiment d'effet sur l'évolution du poudrage (80-71-81 g/m² pour une tension de 40-55-70 kV).

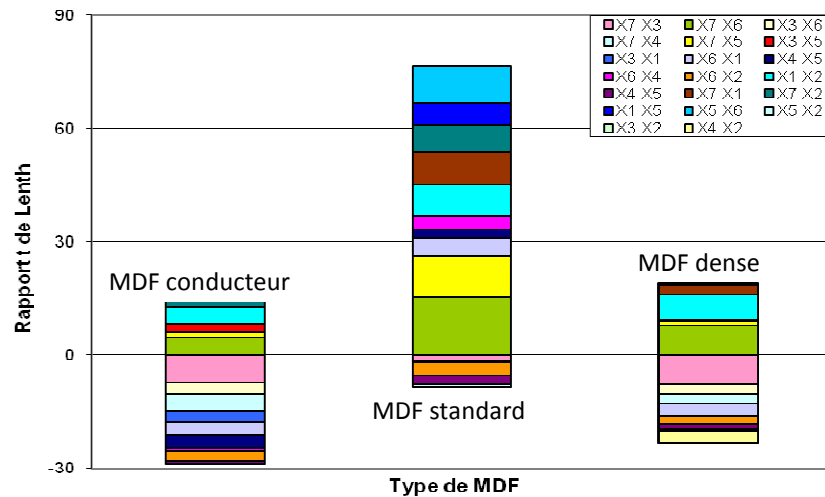
Le débit d'air a assez peu d'influence sur la capacité de la poudre à se fixer, même si lorsque le débit d'air augmente le grammage de poudre diminue un peu (86-80-68 g/m² pour un débit d'air de 3,5-4-4,5 Nm³/h).

L'intensité du courant électrique, la vitesse et la distance des pistolets électrostatiques semblent avoir une importance pour la quantité de poudre appliquée sur ce MDF. Plus l'intensité augmente, plus le grammage diminue (de 94-67-72 g/m² si on passe de 10 à 30, puis 50 μA). Les vitesses des pistolets réglées à 11 et 31% donnent un grammage d'environ 59 g/m². La vitesse moyenne de 21% donne un

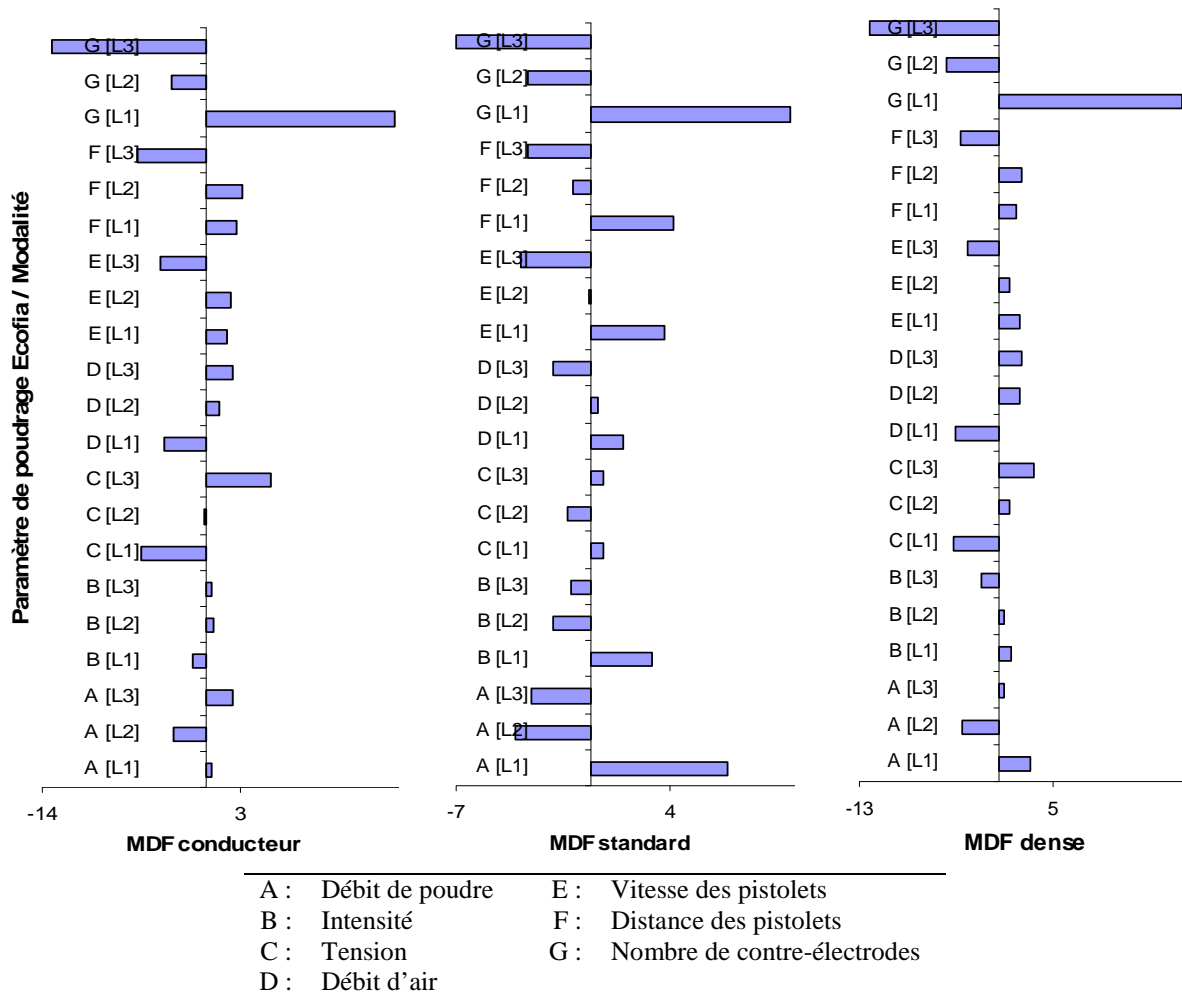
ANNEXES

grammage moyen de 77 g/m². Plus la distance des pistolets augmente, plus le grammage diminue, mais avec une plus forte baisse entre 10 et 15cm (100-73-61 g/m² pour une distance de pistolets allant de 10 à 15, puis 20 cm).

Le débit de poudre ainsi que le nombre de contre-électrodes influencent très fortement la quantité de poudre fixée à l'éprouvette, surtout entre les niveaux 1 et 2. Le grammage diminue lorsque le débit de poudre baisse (115-58-61 g/m² pour un débit de poudre de respectivement : 10-20-30 g/min) et plus le nombre de contre-électrodes augmente, plus le grammage diminue (131-61-42 g/m² pour un nombre de contre-électrodes de 0/4, 2/4 à 4/4).



Effets des interactions entre facteurs du poudrage sur le grammage des 3 MDF étudiés



Influence des facteurs de poudrage sur le grammage de poudre

Annexe E. VALIDITE DES FACTEURS DE POUDRAGE DONNANT LE GRAMMAGE MAXIMAL

Annexe E.1. Vérification pour le MDF conducteur

A	B	C	D	E	F	G
30	50	70	4,5	21	10	0

Expérience 1 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFc 4	MDFc 5
Masse plateau vide (g)	1302,97	1303,01	1302,98	1302,93	1302,99
M initiale avec plateau (g)	2437,34	2428,22	2438,66	2436,29	2432,00
M initiale sans plateau (g)	1134,37	1125,21	1135,68	1133,36	1129,01
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2475,51	2465,94	2483,96	2482,75	2475,54
M poudre (g)	41,09	40,63	48,23	49,38	46,46
% poudre par rapport à Minitiale	3,62	3,61	4,25	4,36	4,11
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	253,67	250,83	297,69	304,84	286,78

Moyenne MDFc : **278,76**
écart-type 25,06

Annexe E.2. Vérification pour le MDF standard

A	B	C	D	E	F	G
10	10	40	3,5	21	10	0

Expérience 1 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFc 4	MDFc 5
Masse plateau vide (g)	1303,01	1302,93	1302,94	1302,95	1302,95
M initiale avec plateau (g)	2338,21	2313,55	2325,14	2340,43	2312,32
M initiale sans plateau (g)	1035,20	1010,62	1022,20	1037,48	1009,37
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2367,24	2336,58	2350,05	2370,12	2340,19
M poudre (g)	31,84	25,81	27,70	32,50	30,64
% poudre par rapport à Minitiale	3,08	2,55	2,71	3,13	3,04
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	196,52	159,30	170,99	200,61	189,17

Moyenne MDFn : **183,32**
écart-type 17,5809

Annexe E.3. Vérification pour le MDF dense

A	B	C	D	E	F	G
10	10	70	4,5	21	15	0

Expérience 1 (17/04/09)	MDFc 1	MDFc 2	MDFc 3	MDFc 4	MDFc 5
Masse plateau vide (g)	1302,98	1303,00	1303,02	1303,01	1302,93
M initiale avec plateau (g)	2393,77	2392,83	2386,42	2407,27	2383,99
M initiale sans plateau (g)	1090,79	1089,83	1083,40	1104,26	1081,06
x% Minitiale	0,12	0,12	0,12	0,12	0,12
M finale avec plateau (g)	2421,78	2425,15	2418,14	2434,91	2412,41
M poudre (g)	30,88	35,19	34,58	30,53	31,28
% poudre par rapport à Minitiale	2,83	3,23	3,19	2,76	2,89
Longueur pièce (m)	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Largeur pièce (m)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Epaisseur pièce (m)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Surface peinte (m ²)	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16
Fixation de poudre (g/m ²)	190,63	217,23	213,48	188,45	193,09
Moyenne MDFd :					200,58
écart-type					13,655

Pour le MDF conducteur, les essais qui ont donné le grammage maximal sont les n° 9, 21 et 26 de la table Taguchi, qui ont des paramètres réglés de manière quasi identique. Les paramètres les plus modifiés sont, de plus, ceux qui font peu évoluer le grammage (A : 30-10, B : 10-50, D : 4-4,5).

Pour le MDF standard, les paramètres décrits sont exactement ceux établis pour l'essai 1 de la table Taguchi, qui est celui qui a donné le plus fort grammage de poudre.

Pour le MDF dense, ce sont les essais n°5 et 9 de la table de Taguchi qui ont permis d'obtenir le grammage de poudre le plus élevé. En comparant avec les préconisations du logiciel, on remarque que les paramètres les plus différents sont l'intensité du courant électrique (influence faible sur le grammage) ainsi que la vitesse de balayage des pistolets électrostatiques. En ce qui concerne ce facteur, lorsque la tension passe de 55 à 70 kV, nous compensons certainement le surplus de poudre lorsque la vitesse des pistolets diminue (de 31 à 21 ou 11%).

Annexe F. RELATION GRAMMAGE DE POUDDRE-EPAISSEUR DE FINITION

Annexe F.1. Conditions de préchauffage et de cuisson pour l'étude

Paramètres du préchauffage:

70% de puissance

Paramètres de cuisson:

IR1: P=60% et V:70%

IR2 et IR3: P=45% et V:50%

IR4: P=40% et V:50%

UV1 et UV2: P=0% et V:0%

UV3 et UV4: P=40-80% et V:65%

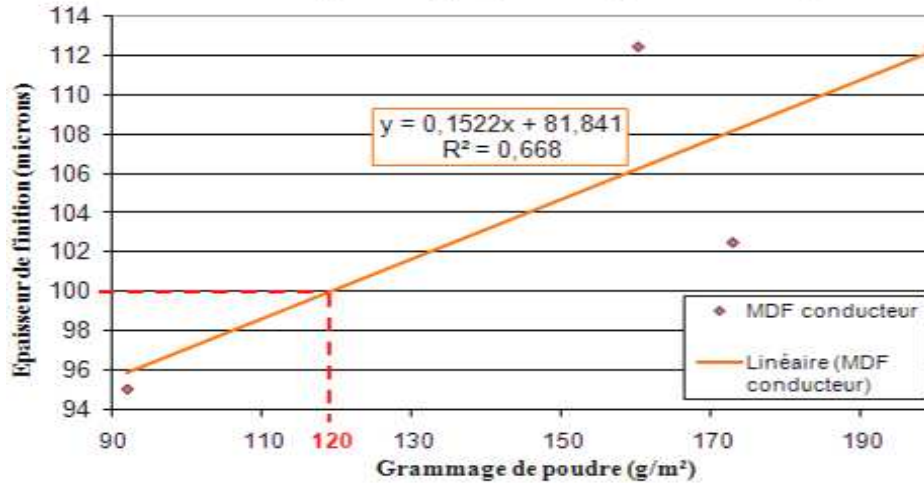
Annexe F.2. Relation grammage-épaisseur pour le MDF dense

Essai	Grammage (g/m ²)	Epaisseur du feuil sec (µm)												
		Mesure haute (4 cm vers le bas)				Mesure milieu				Mesure basse (4 cm vers le haut)				
		1	2	3	Moyenne	1	2	3	Moyenne	1	2	3	Moyenne	Moyenne
23	80,23	80	80	70	76,67	80	90	80	83,33	100	100	90	96,67	85,56
2	93,33	90	90	90	90,00	90	80	110	93,33	110	90	100	100,00	94,44
15	115,72	170	160	130	153,33	190	160	160	170,00	250	240	220	236,67	186,67
22	125,08	200	240	200	213,33	200	200	200	200,00	260	270	300	276,67	230,00
1	140,34	180	120	120	140,00	120	100	100	106,67	220	120	140	160,00	135,56

Annexe F.3. Relation grammage-épaisseur pour le MDF conducteur

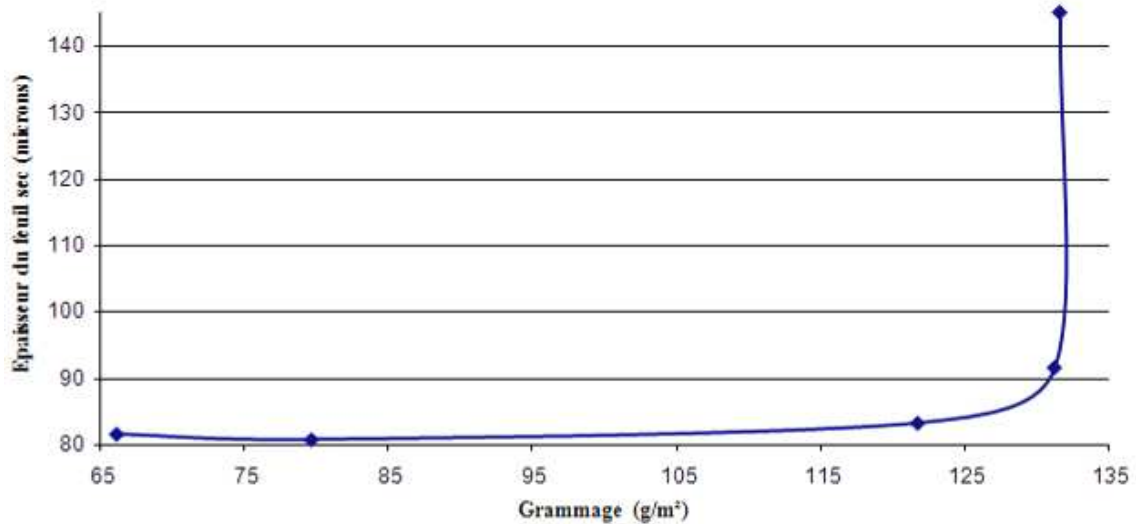
	Réglages de paramètres pour le MDF conducteur							Grammage (g/m ²)	Épaisseur globale (µm)	Épaisseur haut et milieu (µm)
	A (g/min)	B (mA)	C (kV)	D (N.m ³ /h)	E (%)	F (cm)	G			
1	20	40	40	3,5	11	20	4	92,26	103,33	95,00
4	5	10	25	2,5	21	15	0	160,39	141,67	112,50
3	5	5	25	2,5	21	15	0	173,02	123,33	102,50
2	10	10	30	2,5	21	15	0	199,51	148,33	112,50

Relation grammage/épaisseur (haut et milieu)

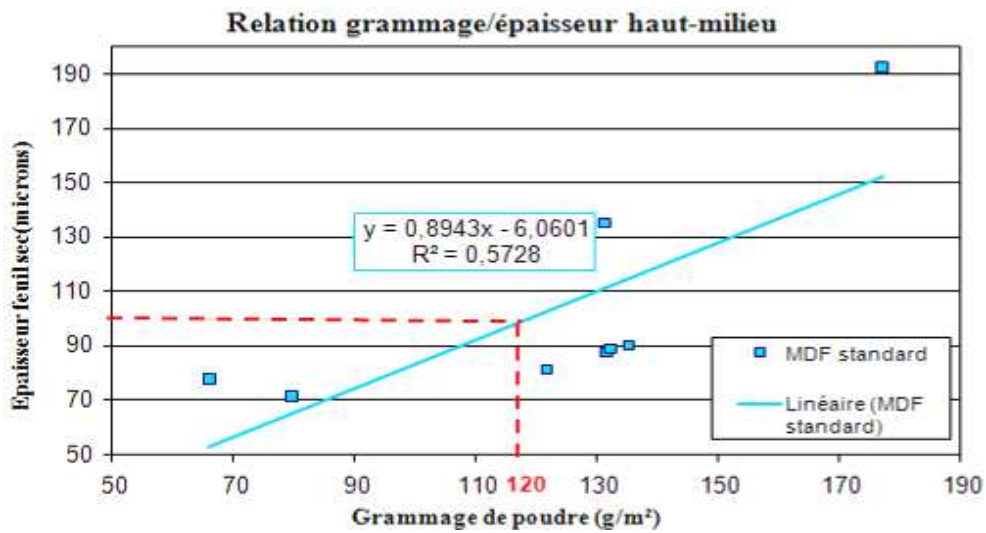


Annexe F.4. Relation grammage-épaisseur pour le MDF standard

Relation grammage/épaisseur globale

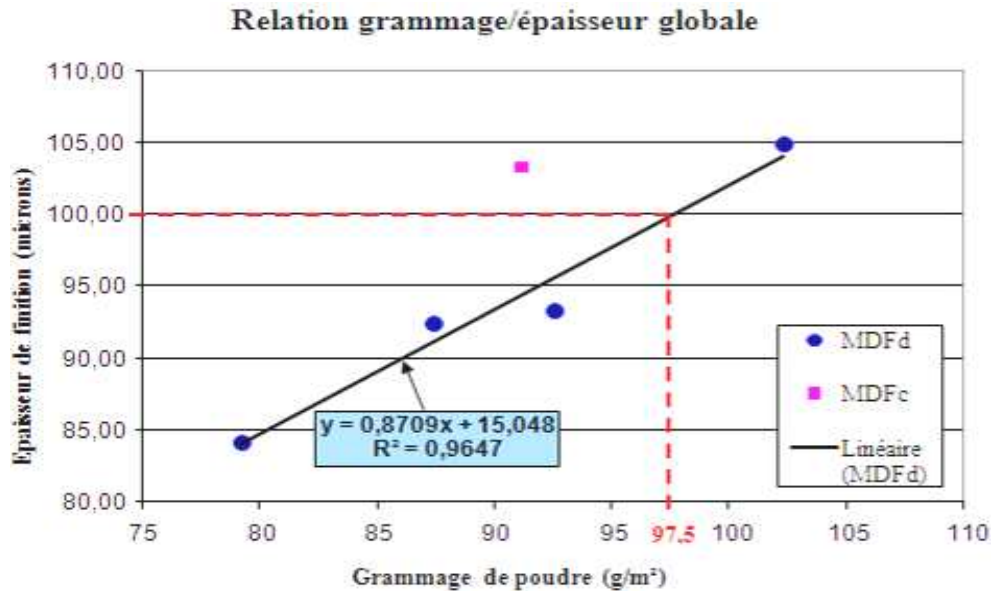


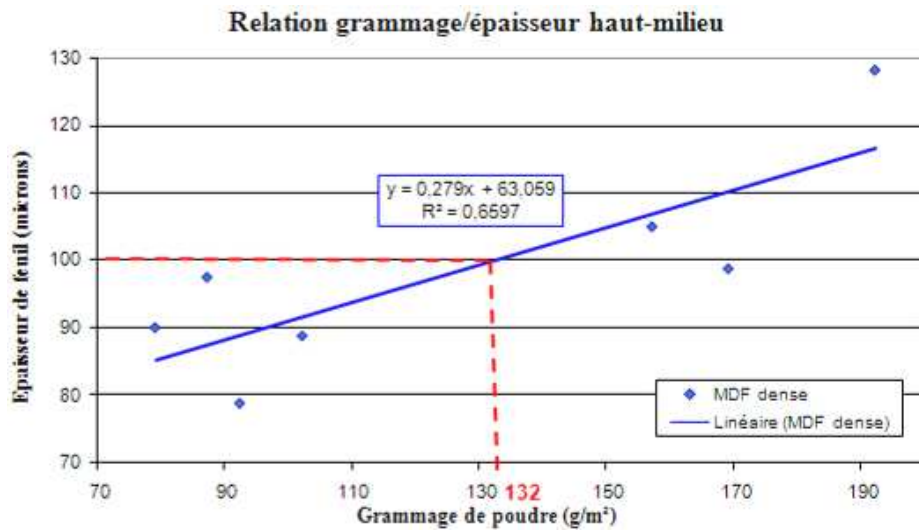
	Réglages de paramètres pour le MDF standard							Grammage (g/m ²)	Épaisseur globale (µm)	Épaisseur haut et milieu (µm)
	A (g/min)	B (mA)	C (kV)	D (N.m ³ /h)	E (%)	F (cm)	G			
1	12	8	30	2,7	21	15	4	66,08	81,67	77,5
2	10	5	25	2,5	21	10	0	79,62	80,83	71,25
3	5	10	25	2,5	21	10	0	121,79	83,33	81,25
4	5	10	55	2,5	21	10	0	131,29	91,67	135
5	5	10	70	2,5	21	10	0	131,66	145,00	87,5
6	5	10	60	2,5	21	15	0	177,22	183,33	192,5
7	5	10	25	2,5	21	15	0	132,36	90,83	88,75
8	5	5	25	2,5	21	15	0	135,34	88,33	90



Annexe F.5. Relation grammage-épaisseur pour le MDF dense (bis)

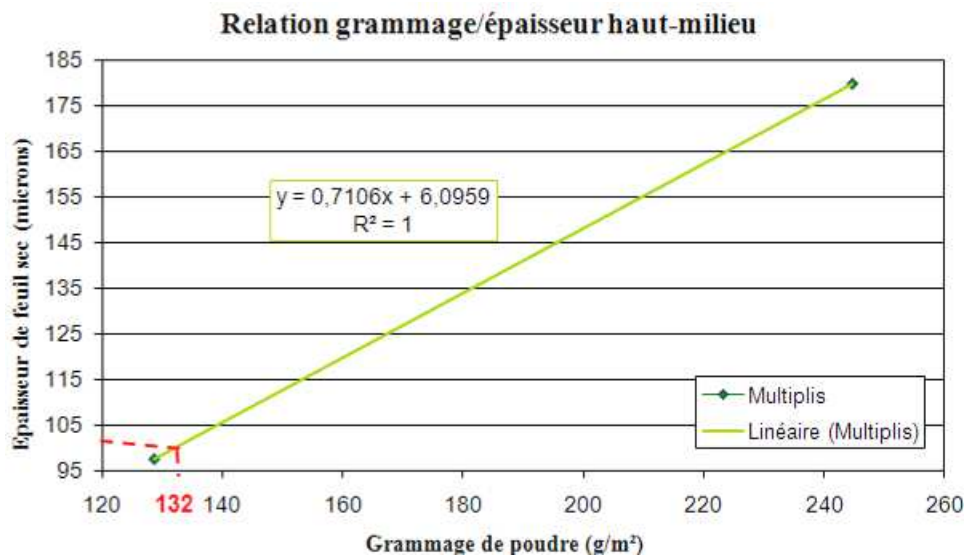
	Réglages de paramètres pour le MDF dense							Grammage (g/m ²)	Epaisseur globale (µm)	Epaisseur haute et médiane (µm)
	A (g/min)	B (mA)	C (kV)	D (N.m ³ /h)	E (%)	F (cm)	G			
1	15	40	42	3,5	21	15	4	79,25	84,17	90
2	15	40	45	3,5	21	15	4	87,40	92,50	97,5
3	20	40	40	3,5	11	20	4	92,52	93,33	78,75
4	15	40	45	3,7	15	17	2	102,32	105,00	88,75
5	15	40	45	3,5	21	15	0	192,20	162,17	128,25
6	5	10	30	2,5	21	15	0	169,21	105,83	98,75
7	5	5	25	2,5	21	15	0	157,22	126,67	105





Annexe F.6. Relation grammage-épaisseur pour le Multipli de bouleau

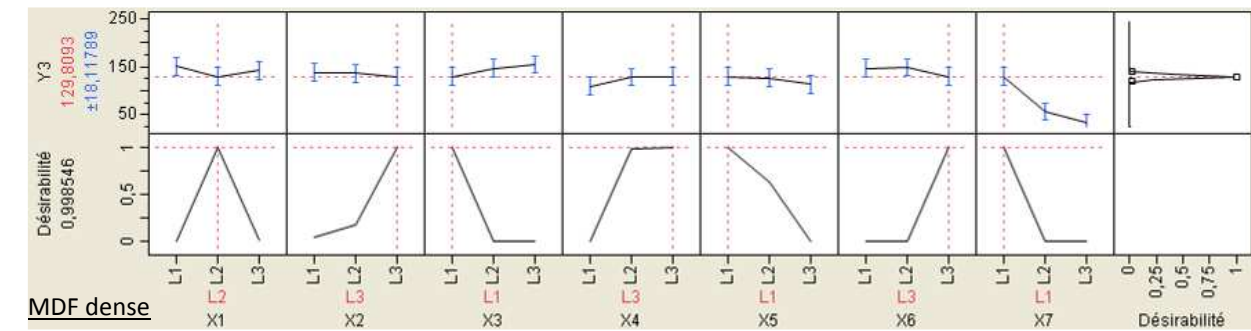
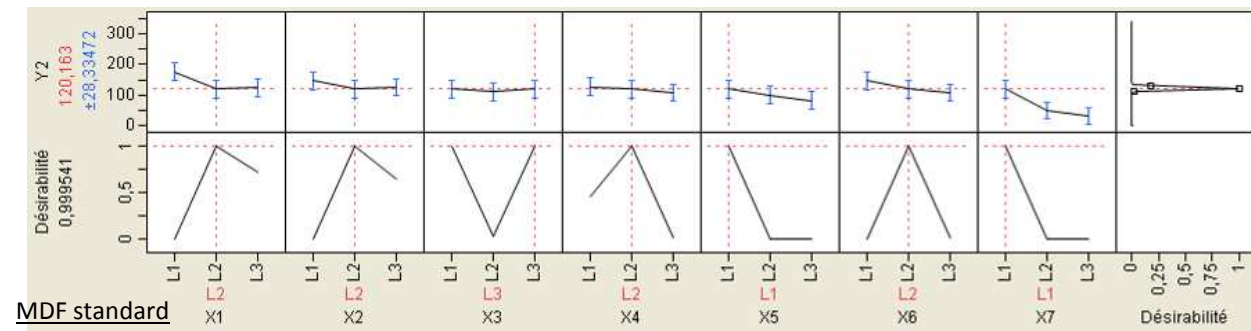
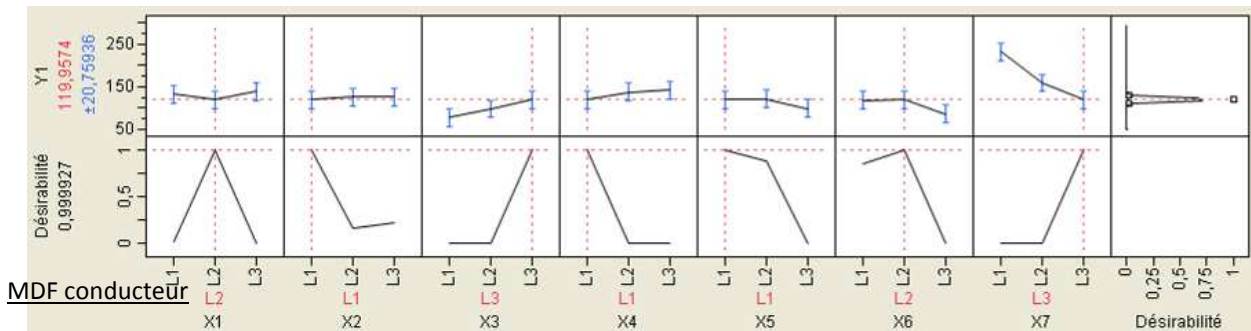
	Réglages de paramètres pour le Multiplis							Grammage (g/m ²)	Épaisseur globale (µm)	Épaisseur haut et milieu (µm)
	A (g/min)	B (mA)	C (kV)	D (N.m ³ /h)	E (%)	F (cm)	G			
1	15	20	45	3,5	21	15	0	244,73	200,00	180
2	5	10	30	2,5	21	15	0	128,63	106,67	97,5



ANNEXES

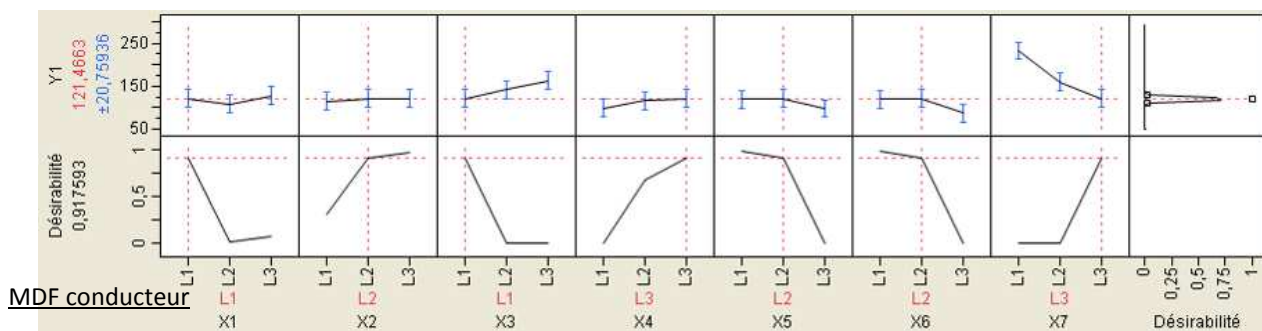
Annexe G. PARAMETRES DE POUDRAGE OPTIMAUX POUR UNE EPAISSEUR DE 100 μM

Annexe G.1. Combinaisons de facteurs de poudrages optimaux sans contrainte

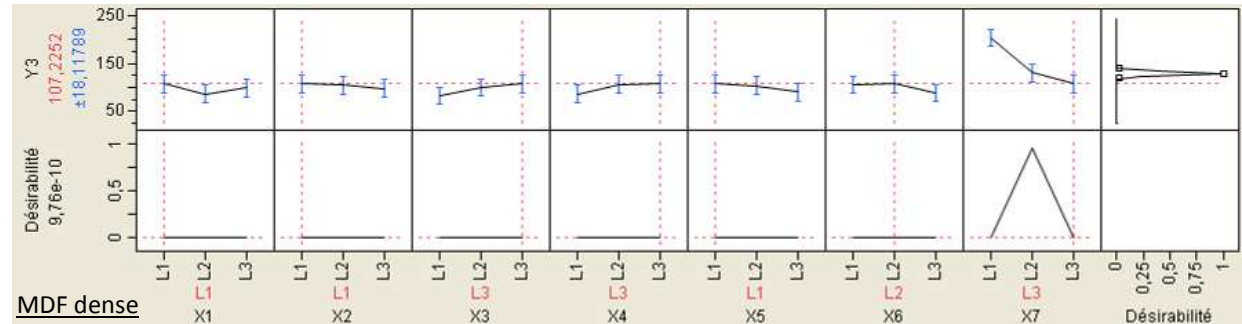
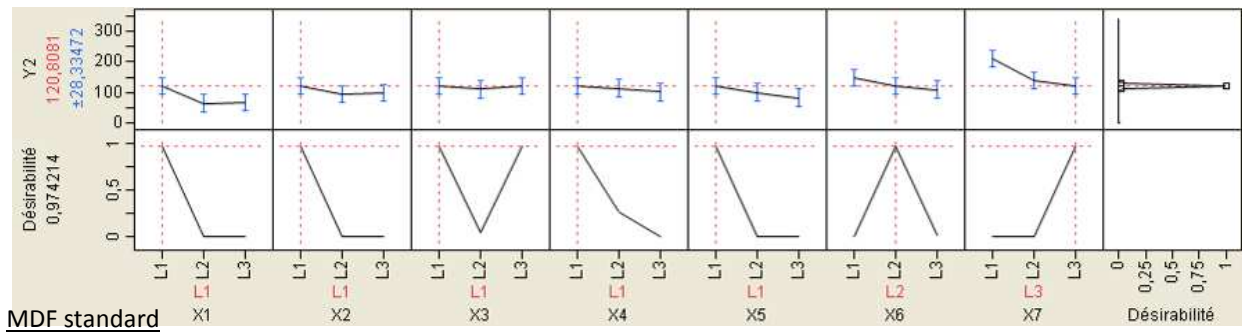


Combinaisons de facteurs de poudrages optimaux sans contrainte

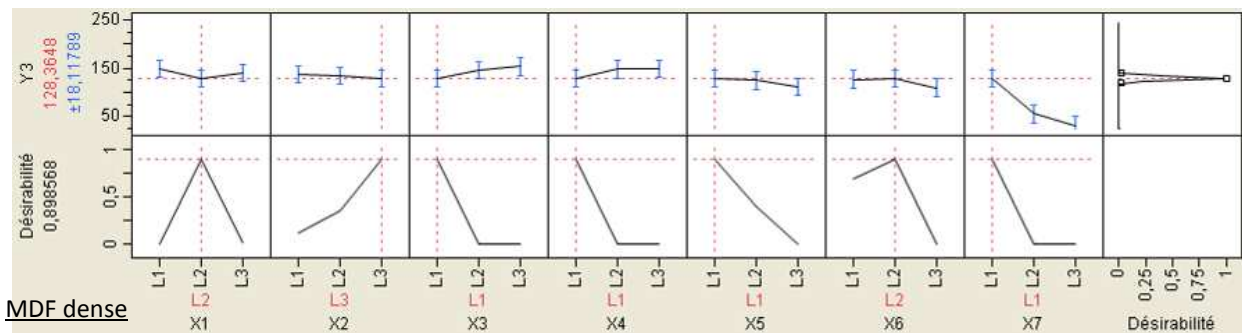
Annexe G.2. Profilage de prévision avec contraintes sur les facteurs de poudrage



ANNEXES



Combinaisons de facteurs de poudrage optimaux avec contraintes techniques



Combinaisons de facteurs de poudrage optimaux en enlevant les contre-électrodes pour augmenter la désirabilité (MDF dense)

Annexe H. VERIFICATION DES PARAMETRES DE POUDRAGE POUR 100µM DE FINITION

Annexe H.1. Détermination des paramètres optimaux pour le MDF conducteur

1	A	B	C	D	E	F	G	idem 1er MDFd
	20	40	40	3,5	11	20	4	

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,83	2426,96	2436,76	79,97				
2	1303,02	2436,81	2450,21	102,27	Haut	Milieu	Bas	
3					80	100	120	100
4					100	100	120	106,67
Moyenne				91,1201	90	100	120	103,33
Etendue				22,3013	20	0	0	6,67
					95			

Modification légère des paramètres pour obtenir un peu moins de grammage:

2	A	B	C	D	E	F	G
	10	10	30	2,5	21	15	0

On conçoit ces valeurs industrielles qui ne font pas changer la consommation d'énergie

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
1	1302,83	2422,82	2449,59	184,69				
2	1302,83	2434,04	2464,80	209,41	Haut	Milieu	Bas	
3					110	140	220	156,667
4					100	100	220	140,00
Moyenne				197,049	105	120	220	148,33
Etendue				24,7197	10	40	0	16,67
					112,5			

3	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
1	1302,91	2422,33	2448,33	179,93				
2	1302,92	2431,23	2454,98	166,11	Haut	Milieu	Bas	
3					100	80	150	110
4					100	130	180	136,67
Moyenne				173,024	100	105	165	123,33
Etendue				13,8175	0	50	30	26,67
					102,5			

4	A	B	C	D	E	F	G
	5	5	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
1	1302,90	2431,60	2454,42	160,38				
2	1302,95	2419,11	2441,95	160,40	Haut	Milieu	Bas	
3					100	110	200	136,667
4					120	120	200	146,67
Moyenne				160,389	110	115	200	141,67
Etendue				0,02323	20	10	0	10,00
					112,5			

Annexe H.2. Détermination des paramètres optimaux pour le MDF standard

Préconisations pour 100 µm d'épaisseur:

1	A	B	C	D	E	F	G
	12	8	30	2,7	21	15	4

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,89	2337,44	2345,76	70,12				
2	1302,68	2324,18	2331,21	62,05	Haut	Milieu	Bas	
3					100	60	100	86,6667
4					90	60	80	76,67
Moyenne				66,08	95	60	90	81,67
Etendue				8,07	10	0	20	10,00
→ Pas assez épais					77,5			

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

2	A	B	C	D	E	F	G
	10	5	25	2,5	21	10	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,97	2334,12	2342,82	72,43				
2	1302,84	2340,97	2351,99	86,81	Haut	Milieu	Bas	
3					95	60	100	85
4					70	60	100	76,67
Moyenne				79,62	82,5	60	100	80,83
Etendue				14,38	25	0	0	8,33
→ Pas assez épais					71,25			

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

3	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	25	2,5	21	10	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1303,01	2331,48	2349,50	129,94				
2	1302,88	2337,54	2352,91	113,63	Haut	Milieu	Bas	
3					70	100	95	88,3333
4					95	60	80	78,33
Moyenne				121,79	82,5	80	87,5	83,33
Etendue				16,31	25	40	15	10,00
→ Pas assez épais					81,25			

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

5	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	70	2,5	21	10	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1303,04	2336,00	2353,77	128,44				
2	1302,88	2323,93	2342,76	134,88	Haut	Milieu	Bas	
3					160	140	150	150
4					140	100	180	140,00
Moyenne				131,66	150	120	163	145,00
Etendue				6,45	20	40	30	10,00
→ Trop épais					135			

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

4	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	55	2,5	21	10	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,85	2332,77	2350,02	125,20				
2	1302,75	2319,94	2339,18	137,38				
3					100	60	100	86,6667
4					110	80	100	96,67
Moyenne				131,29	105	70	100	91,67
Etendue				12,18	10	20	0	10,00

→ Pas assez épais

87,5

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

6	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	60	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,89	2315,69	2341,30	176,67				
2	1302,90	2321,22	2347,00	177,76				
3					300	140	140	193,333
4					220	110	190	173,33
Moyenne				177,22	260	125	165	183,33
Etendue				1,09	80	30	50	20,00

192,5

Modification des paramètres pour obtenir moins d'épaisseur:

7	A	B	C	D	E	F	G
	5	10	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,96	2375,90	2398,57	159,00				
2	1303,02	2319,10	2333,21	105,71				
3					100	80	90	90
4					100	75	100	91,67
Moyenne				132,36	100	77,5	95	90,83
Etendue				53,30	0	5	10	1,67

88,75

Modification des paramètres pour obtenir plus d'épaisseur:

8	A	B	C	D	E	F	G
	5	5	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1303,00	2372,78	2391,62	135,34				
2								
3					100	70	80	83,3333
4					100	90	90	93,33
Moyenne				135,34	100	80	85	88,33
Etendue				0,00	0	20	10	10,00

90

Annexe H.3. Détermination des paramètres optimaux pour le MDF dense

Modification des paramètres pour obtenir plus de microns:

1	A	B	C	D	E	F	G
	15	40	42	3,5	21	15	4

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,92	2105,03	2112,7	74,3324				
2	1302,9	2117,2	2126,23	84,1597				
3					95	90	100	95
4					70	60	90	73,33
Moyenne				79,2461	82,5	75	95	84,17
Etendue				9,82729	25	30	10	21,67
pas assez épais					78,75			

Modification des paramètres pour obtenir plus de microns:

2	A	B	C	D	E	F	G
	15	40	45	3,5	21	15	4

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,87	2102,28	2111,34	84,2355				
2	1302,92	2114,2	2124,13	90,5604				
3					95	80	100	91,6667
4					100	80	100	93,33
Moyenne				87,3979	97,5	80	100	92,50
Etendue				6,32497	5	0	0	1,67
pas assez épais					88,75			

Préconisations pour 100µm:

3	A	B	C	D	E	F	G
	20	40	40	3,5	11	20	4

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1303,05	2125,03	2135,45	94,161				
2	1302,81	2126,25	2136,21	90,8866				
3					90	80	100	90
4					90	100	100	96,67
Moyenne				92,5238	90	90	100	93,33
Etendue				3,27439	0	20	0	6,67
pas assez épais					90			

Modification des paramètres pour obtenir plus de microns:

4	A	B	C	D	E	F	G
	15	40	45	3,7	15	17	2

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,8	2121,92	2132,69	96,6321				
2	1302,83	2108,63	2121,01	108,009				
3					100	90	120	103,33
4					100	100	120	106,67
Moyenne				102,32	100	95	120	105,00
Etendue				11,3766	0	10	0	3,33
un peu trop épais					97,5			

ANNEXES

5 *Modification des paramètres pour obtenir plus de microns:*

A	B	C	D	E	F	G
15	40	45	3,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau	Masse initiale	Masse poudrée	Grammage	Epaisseur (µm)			
1	1302,84	2115,36	2137,88	180,5				
2	1302,78	2113,27	2139,07	203,909	Haut	Milieu	Bas	
3					200	13	240	151
4					160	140	220	173,33
Moyenne				192,204	180	76,5	230	162,17
Etendue				23,4092	40	127	20	22,33
					128,25			

6 *Modification des paramètres pour obtenir moins de microns:*

A	B	C	D	E	F	G
5	10	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m²)	Epaisseur (µm)			
1	1302,81	2121,12	2142,87	175,053				
2	1302,83	2115,42	2135,54	163,357	Haut	Milieu	Bas	
3					100	100	120	106,667
4					100	95	120	105,00
Moyenne				169,205	100	97,5	120	105,83
Etendue				11,6958	0	5	0	1,67
					98,75			

7 *Modification des paramètres pour obtenir plus de microns:*

A	B	C	D	E	F	G
5	5	25	2,5	21	15	0

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m²)	Epaisseur (µm)			
1	1303,01	2112,55	2134,07	173,331				
2	1302,98	2112,22	2129,23	141,113	Haut	Milieu	Bas	
3					120	100	180	133,333
4					90	110	160	120,00
Moyenne				157,222	105	105	170	126,67
Etendue				32,2173	30	10	20	13,33
					105			

Annexe H.4. Détermination des paramètres optimaux pour le Multipli de bouleau

Préconisations pour 100µm:

A	B	C	D	E	F	G
15	20	45	3,5	21	15	0

Pas de préchauffage des éprouvettes

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m²)	Epaisseur (µm)			
1	1302,89	2184,38	2220,68	254,527				
2	1302,83	2174,67	2207,97	234,936	Haut	Milieu	Bas	
3					180	160	200	180
4					200	180	280	220,00
Moyenne				244,732	190	170	240	200,00
Etendue				19,5912	20	20	80	40,00
					180			

ANNEXES

2

Préconisations pour 100µm:						
A	B	C	D	E	F	G
5	10	30	2,5	21	15	0

Pas de préchauffage des éprouvettes

Résultats:

Essais	Masse plateau (g)	Masse initiale (g)	Masse poudrée (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)			
					Haut	Milieu	Bas	
1	1302,89	2197,61	2212,9	118,01				
2	1302,88	2210,28	2228,82	139,252				
3					100	100	110	103,333
4					90	100	140	110,00
Moyenne				128,631	95	100	125	106,67
Etendue				21,242	10	0	30	6,67
					97,5			

• Conclusion sur les paramètres optimaux :

MDF c	Epaisseurs de finition (microns)		
	Haut	Milieu	Bas
	110	100	160
	100	100	200
	100	110	110
	100	100	120
Moyenne	102,5	102,5	147,5
	117,5		OK

MDF d	Epaisseurs de finition (microns)		
	Haut	Milieu	Bas
	95	100	110
	90	120	120
	100	100	160
	110	110	150
Moyenne	98,75	107,5	135
	113,75		OK

MDF s	Epaisseurs de finition (microns)		
	Haut	Milieu	Bas
	80	130	110
	80	100	100
	100	90	200
	110	80	160
Moyenne	92,5	100	142,5
	96,25	à peu près OK	
	111,67		

Multipli	Epaisseurs de finition (microns)		
	Haut	Milieu	Bas
	110	140	120
	120	140	130
	130	110	200
	140	110	170
Moyenne	125	125	155
	125	pas OK et trop de bullage en bas	
	135		

Multipli	5	7	25	2,5	21	15	0
-----------------	---	---	----	-----	----	----	---

	Epaisseurs de finition		
	Haut	Milieu	Bas
	100	100	110
	100	100	110
	80	100	100
	100	80	100
Moyenne	95	95	105
	95	à peu près OK	
	98,33		

Multipli	5	8	25	2,5	21	15	0
-----------------	----------	----------	-----------	------------	-----------	-----------	----------

Epaisseurs de finition		
Haut	Milieu	Bas
100	100	120
110	100	200
120	120	140
110	110	200
110	107,5	165
Moyenne		108,75
127,50		

à peu près OK

Annexe I. ETUDE DE DIFFERENTES POUDRES POUR OBTENIR 100µM DE FINITION

<i>Vert tilleul</i>		
Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
95	100	110
90	120	120
100	100	160
110	110	150
98,75	107,5	135
Moyenne		103,125
113,75		

Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
100	100	110
100	100	110
80	100	100
100	80	100
95	95	105
Moyenne		95
98,33		

<i>Rose Fuschia</i>		
Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
110	100	140
100	100	120
105	100	130
110	100	140
100	95	110
100	100	130
104,17	99,17	128,33
Moyenne		101,67
130,00		

Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
105	160	180
140	100	220
120	120	220
100	140	160
90	140	140
105	170	160
110,00	138,33	180,00
Moyenne		124,17
142,78		

<i>Jaune</i>		
Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
100	80	95
70	50	90
70	70	100
60	95	100
60	70	100
100	80	90
76,67	74,17	95,83
Moyenne		75,42
82,22		

Epaisseurs de finition (µm)		
Haut	Milieu	Bas
50	75	70
50	100	90
60	90	100
50	80	80
60	90	70
40	90	100
51,67	87,50	85,00
Moyenne		69,58
74,72		

ANNEXES

Mauve clair			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	60	100	140
	80	100	120
	60	100	140
	60	60	160
	60	80	100
	90	100	100
	68,33	90,00	126,67
Moyenne	79,17		
	95,00		

Multipli :			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	120	60	100
	120	90	70
	100	100	100
	90	110	100
	90	100	100
	80	100	100
	100,00	93,33	95,00
Moyenne	96,67		
	96,11		

Marron Chocolat			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	100	100	180
	100	100	160
	100	110	120
	100	100	160
	100	110	150
	95	100	160
	99,17	103,33	155,00
Moyenne	101,25		
	119,17		

Multipli :			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	120	200	240
	120	140	200
	120	150	200
	200	150	180
	140	120	160
	120	130	200
	136,67	148,33	196,67
Moyenne	142,50		
	160,56		

Bleu clair			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	10	40	20
	20	40	30
	30	30	40
	30	10	50
	20	20	40
	20	30	30
	21,67	28,33	35,00
Moyenne	25,00		
	28,33		

Orange			
MDF d :	Epaisseurs de finition (µm)		
	Haut	Milieu	Bas
	80	110	100
	90	100	95
	90	90	100
	100	90	130
	80	80	110
	90	80	100
	88,33	91,67	105,83
Moyenne	90,00		
	95,28		

Vernis UV 340			
MDF d :	Epaisseurs de finition		
	Haut	Milieu	Bas
	140	160	220
	180	120	210
	130	150	260
	110	200	240
	130	150	200
	150	200	250
	140	163,333333	230
Moyenne	151,6666667		
	177,78		

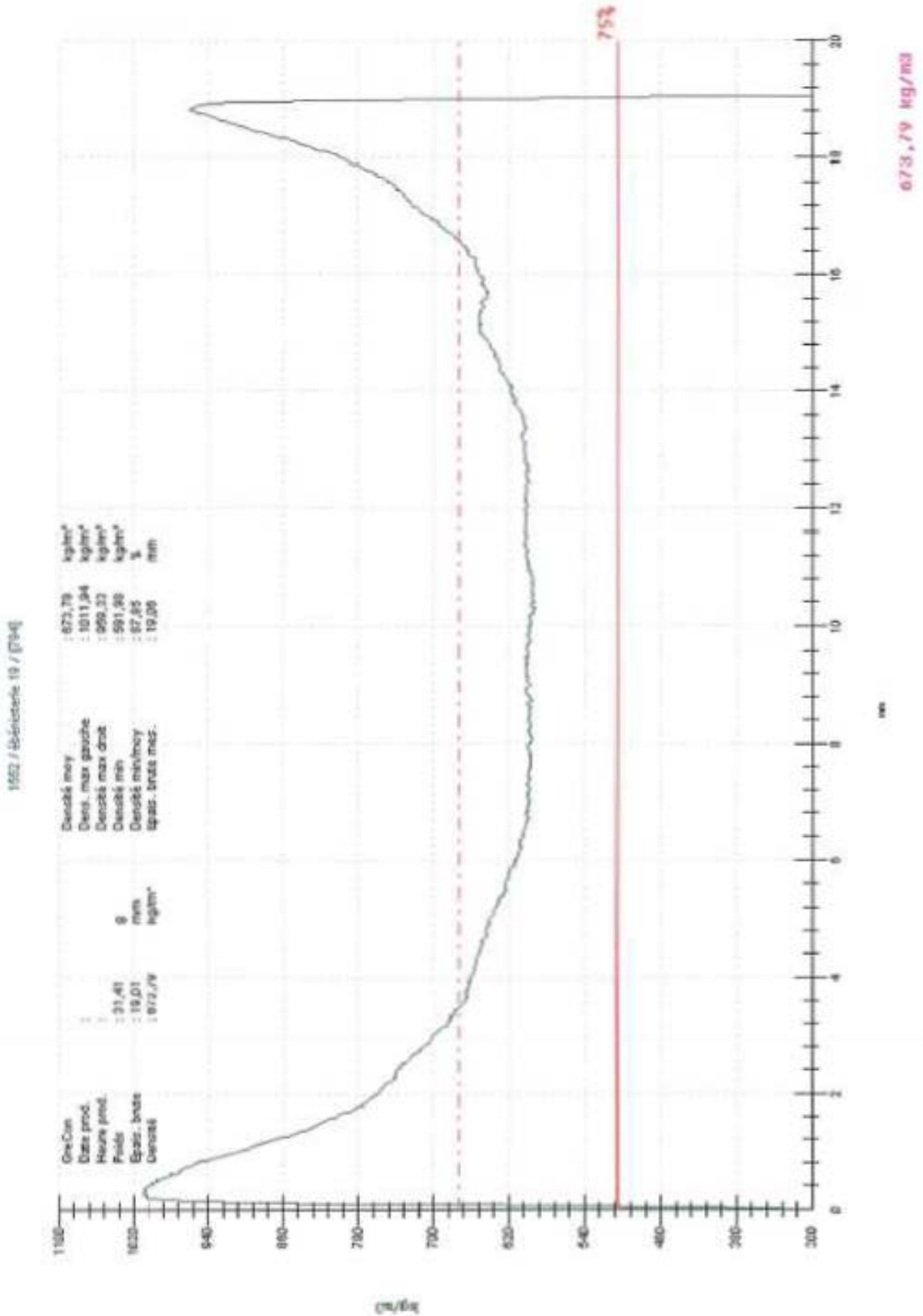
Gris UV			
MDF d :	Epaisseurs de finition		
	Haut	Milieu	Bas
	140	80	240
	120	100	180
	140	100	200
	100	120	180
	95	110	100
	100	100	110
	115,83	101,67	168,33
Moyenne	108,75		
	128,61		

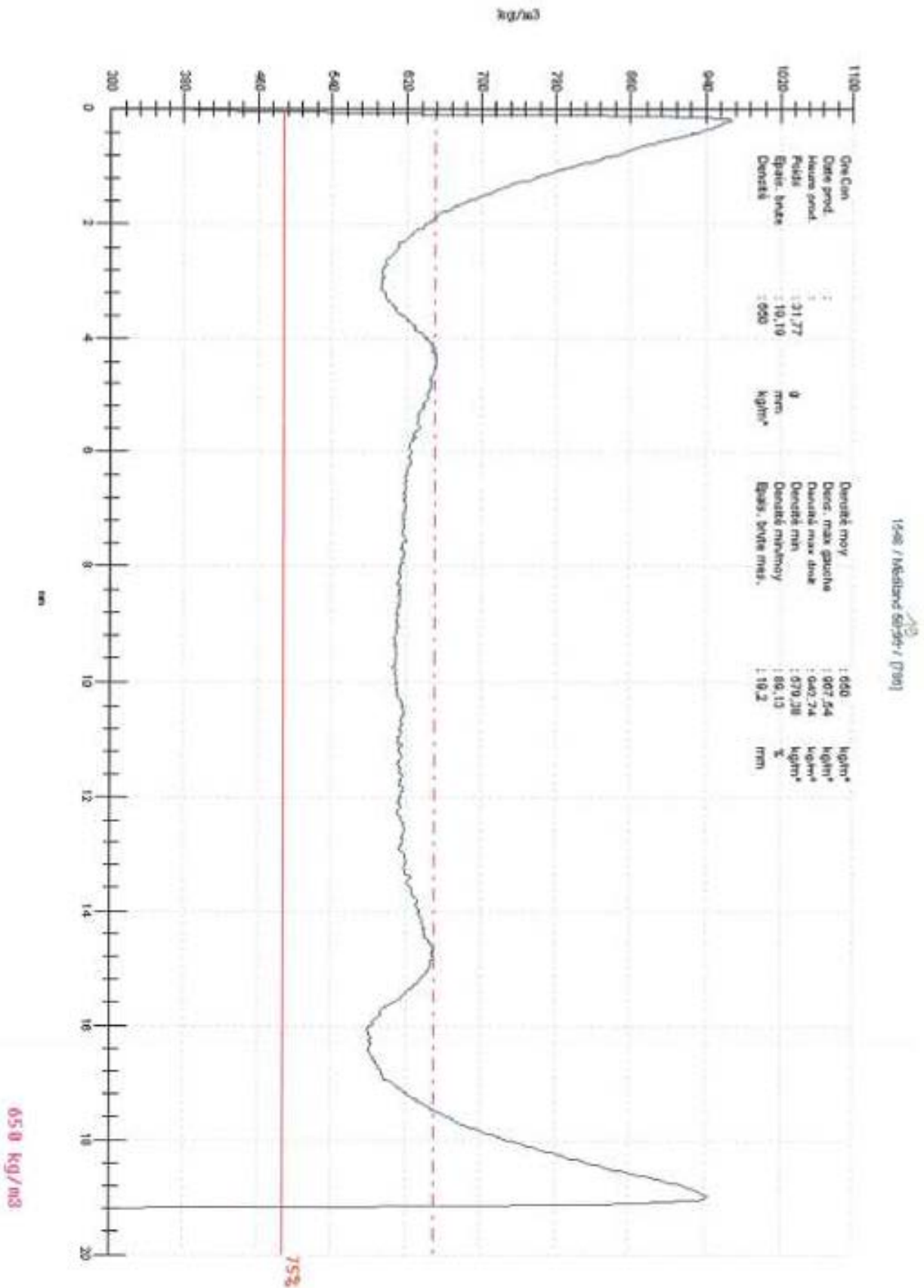
ANNEXES

<i>Brun UV</i>			
MDF d :	Epaisseurs de finition		
	Haut	Milieu	Bas
	100	95	150
	85	95	200
	90	90	220
	90	95	140
	90	100	120
	90	100	150
	90,83	95,83	163,33
	Moyenne	93,33	
116,67			

Annexe J. ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ACCROCHAGE DES PIÈCES

Annexe J.1. Profils de densité MDF ébénisterie et MDF médiland 19mm





Annexe J.2. Position des crochets pour l'étude de l'accrochage des pièces

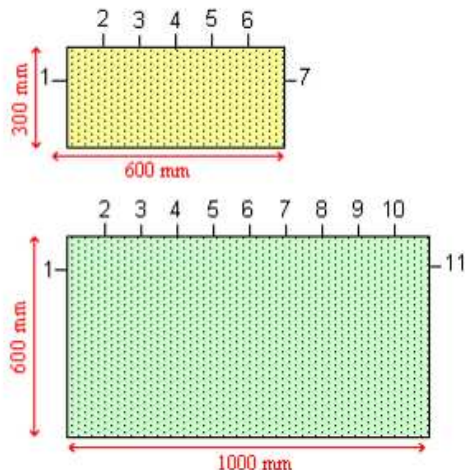
Il s'avère que la répartition de la poudre est modifiée selon la distance qui sépare les crochets métalliques permettant l'accrochage des pièces sur le rail convoyeur. Ce phénomène d'accroissement de la conductivité autour des points d'accrochage est normal étant donné que la différence de potentiel

ANNEXES

nécessaire entre la surface du support et les particules de poudre chargées vient du fait que la pièce est reliée à la terre par l'intermédiaire des crochets.

L'accrochage des pièces se fera par l'intermédiaire de 2 crochets métalliques positionnés sur les chants ou sur les faces essentiellement à 3 cm du bord (pas de combinaison entre accrochage de face et sur chant). Il existe une assez grande quantité de positions possibles, sachant que nous considérons un emplacement disponible tous les 10 cm et que les positionnements asymétriques seront testés. En effet, il y a souvent dans l'entreprise, nécessité de poudrer des pièces qui ne sont pas symétriques elles-mêmes et donc qui ne permettent pas un accrochage simple. Voici dans la figure ci-dessous le principe de détermination des positions d'attache :

• Positionnements des crochets tous les 10 cm:



• Nombre de combinaisons de positions d'accrochage possibles:

21 positions (C_7^2) pour les panneaux de dimension 300*600 mm

55 positions (C_{11}^2) pour les panneaux de dimension 600*1000 mm

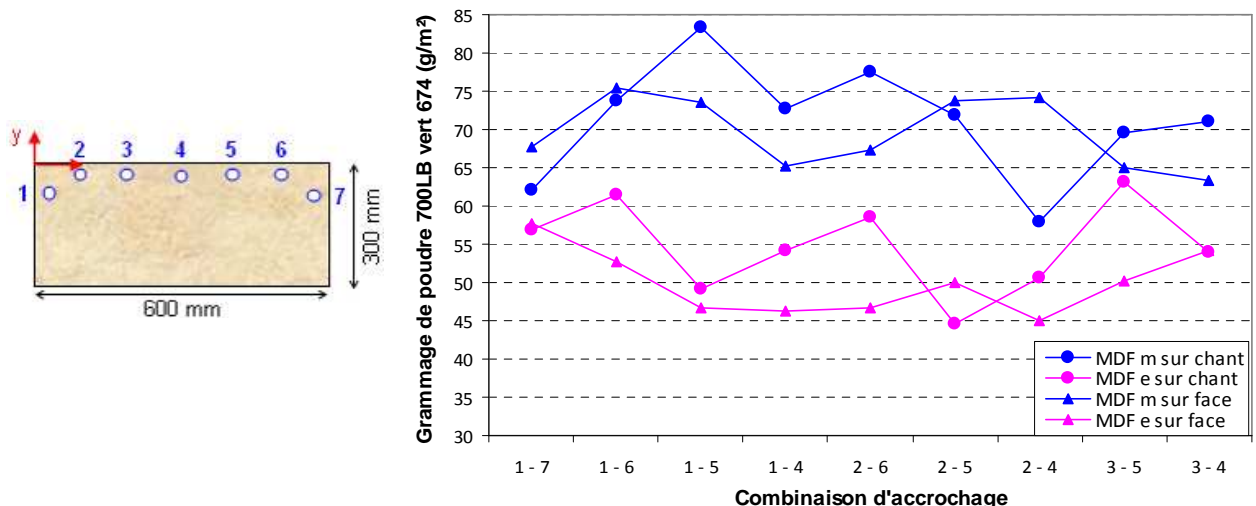
• Tableau récapitulatif des positions possibles:

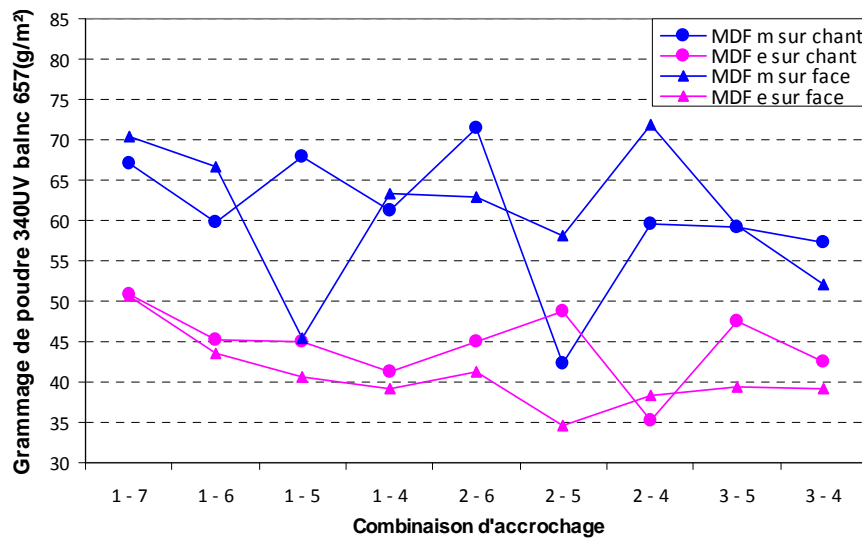
positions	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1		1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	1-7	1-8	1-9	1-10	1-11
2			2-3	2-4	2-5	2-6	2-7	2-8	2-9	2-10	2-11
3				3-4	3-5	3-6	3-7	3-8	3-9	3-10	3-11
4					4-5	4-6	4-7	4-8	4-9	4-10	4-11
5						5-6	5-7	5-8	5-9	5-10	5-11
6							6-7	6-8	6-9	6-10	6-11
7								7-8	7-9	7-10	7-11
8									8-9	8-10	8-11
9										9-10	9-11
10											10-11
11											

Les différentes positions d'accrochage des pièces

Annexe J.3. Résultats généraux concernant le grammage de poudre

Cette étude est réalisée sur deux types de MDF : MDFe (ébénisterie) et MDm (médiland). L'accrochage par deux crochets métalliques en position latérale sur la face et sur le chant des éprouvettes a été étudié avec une poudre 700LB vert 674 et une poudre 340UV blanc 657. Les résultats de grammage de poudre sont présentés sur la figure ci-dessous.





Evolution du grammage de poudre selon le positionnement, la combinaison de l'accrochage de la pièce, la nature du MDF et le type de poudre

Le tableau ci-dessous récapitule les combinaisons d'accrochage les plus caractéristiques pour chacun des MDF étudiés.

Type de MDF	Grammage de poudre	Accrochage sur chant			Accrochage sur face							
		Poudre 700LB		Poudre 340UV	Poudre 700LB		Poudre 340UV					
MDF médiland	le plus élevé	1-5	2-6	1-7	1-5	2-6	1-6	1-5	2-5	1-7	2-4	1-6
	le moins élevé	1-7	2-4		2-5		1-4	3-5	3-4	1-5	2-5	3-4
MDF ébénisterie	le plus élevé	1-6	2-6	3-5	1-7	2-5	3-5	1-7	3-4			1-7
	le moins élevé	1-5	2-5		2-4		1-5	1-4	2-6			2-5

Résumé des combinaisons d'accrochage qui engendrent un fort ou un faible grammage du MDFm et MDFe

• Influence de la nature du substrat :

Pour le MDFm, on remarque que ce sont surtout les combinaisons d'accrochage des pièces qui ont les 2 crochets les plus éloignés (1-6, 1-5 et 2-6) qui permettent de charger la pièce le plus en poudre, alors que les positions les plus rapprochées et les plus centrales sur la pièce (3-5, 3-4) défavorisent fortement le grammage de poudre.

En ce qui concerne le MDF ébénisterie, ce sont soit les combinaisons d'accrochage les plus périphériques (1-7 et 1-6) ou les combinaisons les plus centrales et qui ont des crochets rapprochés qui favorisent une forte fixation de poudre sur le substrat. C'est donc un comportement différent de celui du MDFm.

De manière générale, on observe que le MDFm capte plus de poudre que le MDF ébénisterie. Ces résultats ne sont pas facilement interprétables et ne trouvent pas leur explication ni dans les densités globales des panneaux ($700,67 \text{ kg/m}^3$ pour MDFe et $660,27 \text{ kg/m}^3$ pour MDFm) ni dans leur densité de surface (MDF e : $1042,24 \text{ kg/m}^3$, MDF m : $979,98 \text{ kg/m}^3$) (cf. profils de densité de ces deux panneaux).

• Influence de la position sur chant ou sur face de l'accrochage :

On peut noter qu'un accrochage des échantillons sur le chant permet de fixer plus de poudre qu'un accrochage sur la face pour la majorité des combinaisons. Aussi, nous avons pu observer que lorsque l'accrochage des pièces est effectué sur les chants, ceux-ci sont mieux recouverts de poudre.

Pour l'accrochage sur la face, il semble que les positions d'attache qui éloignent le plus les crochets (1-7 et 1-6) soient les plus favorables à un fort grammage de poudre. Ceci n'est pas vérifié dans le cas d'un accrochage sur le chant des échantillons. En effet, les positions qui engendrent le meilleur poudrage sont les 2-6 et 3-5 dans ce cas. On remarque que ce sont des positionnements de crochets centrés dans la pièce.

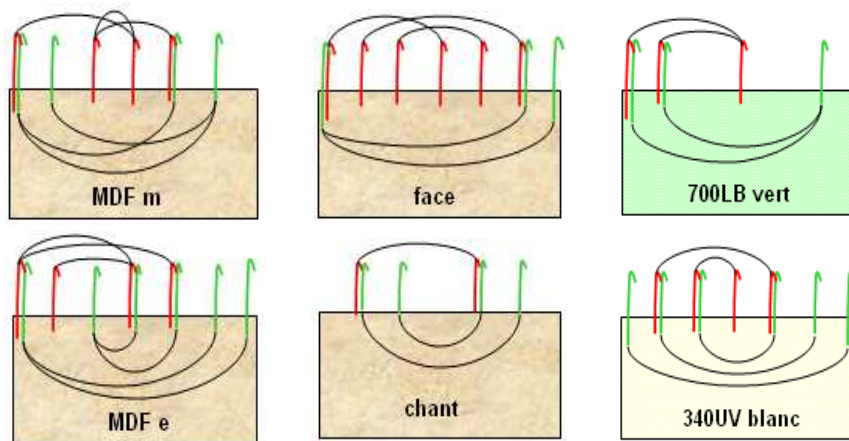
- **Influence de la nature de la poudre :**

En observant la première figure de l'annexe J3, on remarque que le grammage de poudre est légèrement plus élevé avec la poudre 700LB qu'avec la poudre 340UV. Ceci confirmerait les études granulométriques effectuées précédemment, qui indiquent que les particules de poudre à polymérisation UV ont un diamètre inférieur à celui des poudres à polymérisation IR.

En ce qui concerne l'influence de l'accrochage sur le grammage de chacune de ces poudres, la fixation de poudre semble être favorisée dans les positions 1-6 et 2-6 pour la poudre 700LB alors qu'elle est la plus réduite dans les position d'accrochage 1-4, voire 2-4. Pour la poudre à polymérisation UV, les combinaisons d'accrochage de pièces qui vont en faveur d'un fort grammage de poudre sont les 1-7, 1-6, 2-6 et 3-5, alors que celles qui le réduisent sont les 2-5 et 3-5.

On peut donc voir que ce sont les mêmes positionnements de crochets qui permettent d'augmenter au maximum la prise de poudre du panneau, que ce soit pour la poudre 700LB ou la poudre 340UV, à savoir les 2 combinaisons qui ont un crochet positionné en 6, c'est-à-dire plutôt en périphérie de la pièce, mais pas dans la partie descendante. Aussi le 2ème crochet est préférablement placé loin du premier crochet, en 1 ou 2.

En revanche, ce ne sont pas les mêmes combinaisons d'accrochage des pièces qui abaissent le plus le grammage de la poudre 700LB et de la poudre 340UV. Cependant, les résultats laissent penser que placer un crochet sur le trou 4, c'est-à-dire au milieu de l'éprouvette tend à réduire la quantité de poudre.

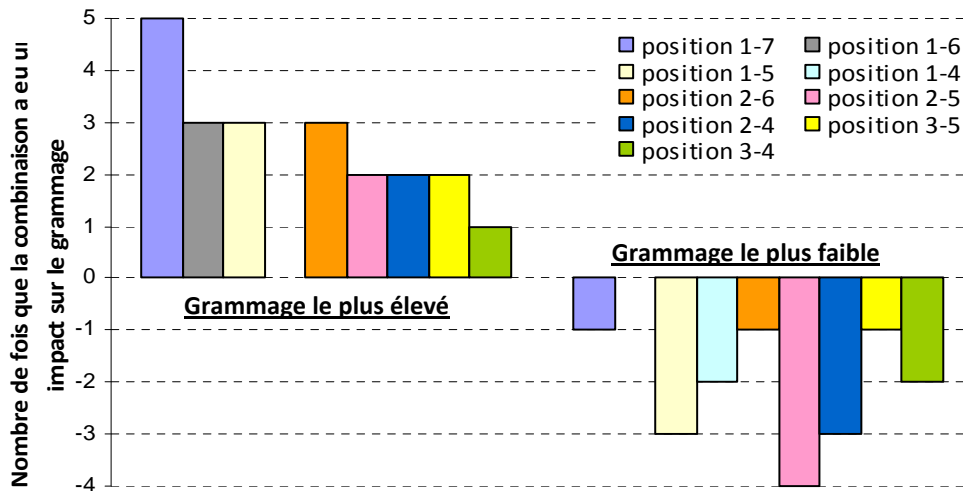


Résumé des positions d'accrochages caractéristiques

Annexe J.4. Confrontation avec l'accrochage qui permet un poudrage homogène

- **Les positions d'accrochages qui optimisent le grammage de poudre :**

La figure ci-dessous est une synthèse de la première figure de l'annexe J3. Elle a été construite par comptabilisation du nombre de fois que chaque position d'accrochage avait une implication dans l'augmentation ou la diminution du grammage de poudre (positionnement des crochets de face ou sur chant ainsi que la nature de la poudre et le type de MDF confondus).

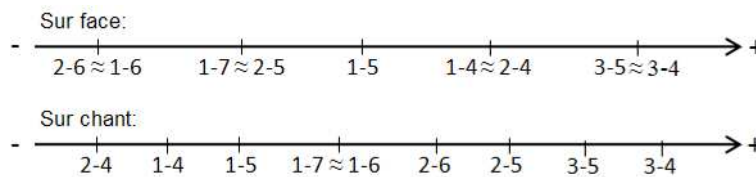


Implication générale des positions d'accrochage (sur chant et face mélangés) dans l'évolution du grammage de poudre (IR et UV)

Nous voyons bien que les positions d'accrochage 1-7, 1-6 et 2-6 permettent d'obtenir le grammage de poudre le plus important (poudre à polymérisation IR ou UV mélangées). Il s'agit des positions d'accrochage pour lesquelles les crochets sont le plus éloignés.

• Les positions d'accrochages qui optimisent l'homogénéité du poudrage :

Une observation des échantillons poudrés et polymérisés a montré que ceux qui étaient accrochés en positions telles que les crochets métalliques sont proches l'un de l'autre et centrés dans l'éprouvette avaient une répartition plus homogène de la poudre sur toute la surface. Cela a été visible à la fois pour l'accrochage sur la face et sur le chant des éprouvettes.



Ordre de classement des combinaisons d'accrochage pour les éprouvettes de 300×600 mm

On voit notamment l'apparition d'auréoles autour des points de contact avec les crochets pour les accrochages 1-6 et 2-6 et un manque flagrant de poudre entre les crochets. Ce phénomène est appelé cage de Faraday car il s'agit d'une portion de l'espace isolée contre l'influence des champs électriques extérieurs (figure ci-dessous). A l'intérieur de la cage, le champ électrique est nul, même si des charges sont placées à l'extérieur ou si la cage est reliée à un générateur électrostatique. De ce fait, la conductivité du panneau est extrêmement faible localement et la poudre ne peut se fixer que très difficilement.

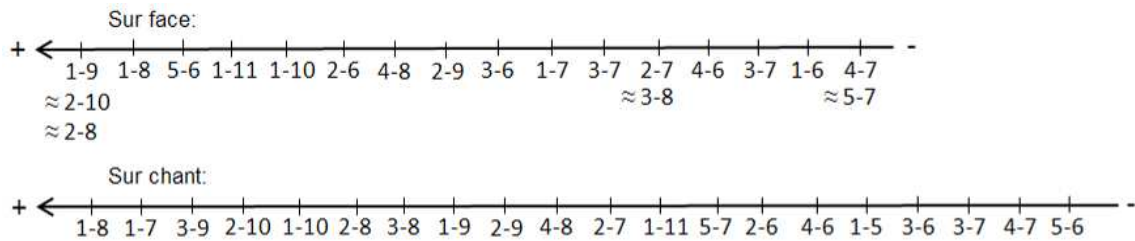


Comparaison des différents types d'accrochage et exemple de cage de Faraday

Cette caractéristique va en faveur des positions d'accrochage inverses à celles choisies pour l'augmentation du grammage de poudre. Cela peut être dû au fait qu'au niveau des zones qui entourent les crochets, la quantité de poudre appliquée est très importante et compense les endroits où la poudre se fixe peu, permettant alors d'atteindre un fort grammage de poudre en général. Cependant, il est préférable d'avoir une bonne homogénéité de poudrage.

Annexe J.5. Résultats avec des dimensions de substrat différentes

Nous vérifions les préconisations précédentes valables sur des éprouvettes de 600×300 mm avec d'autres éprouvettes plus grandes de dimensions 1000×600 mm.



Ordre de classement des combinaisons d'accrochage pour les éprouvettes de 600*1000 mm

Nous voyons qu'un accrochage qui sépare suffisamment les crochets permet d'obtenir le plus souvent une répartition plus homogène de la poudre sur les échantillons de MDF (positions 1-8, 1-9, 1-10, 2-10, 2-8), ce qui n'était pas le cas avec les éprouvettes de dimensions plus réduites. On remarque notamment que la plupart des positions qui prennent en compte les positions 5, 6 et 7, c'est-à-dire les 3 points les plus centraux, ne permettent pas d'obtenir une homogénéité de poudrage. Sans doute que les éprouvettes sont trop grandes pour qu'un crochet soit placé au milieu. Un accrochage plutôt en périphérie, à 10 cm du bord, semble préconisé pour des substrats de ces dimensions.

Annexe K. ETUDE DES PARAMETRES DE POUDRAGE DU MATERIEL DU CRITTOBOIS

• Conditions expérimentales :

Pour cette étude, l'humidité du MDF dense est de 5,73% (mesure effectuée grâce à la balance *Ohaus* et à l'étuve *Binder* réglée à 103°C). La poudre est toujours la grise *Interpon* de type Silver grainé 700LB. Le tableau suivant récapitule les paramètres de poudrage étudiés, leurs 3 modalités, ainsi que la matrice d'expérience de Taguchi nécessaire à cette étude.

Facteurs du poudrage Corona		Niveau/Modalité		
		1	2	3
A	Débit de poudre/d'air	0	1	2
B	Intensité (μA)	5	10	15
C	Tension (kV)	25	45	65
D	Pression air de fluidisation (bar)	0,35	0,5	0,65

N° essai	Facteurs contr TM 's			
	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

Les paramètres de poudrage étudiés et la table de Taguchi L_9 (4 facteurs à 3 niveaux)

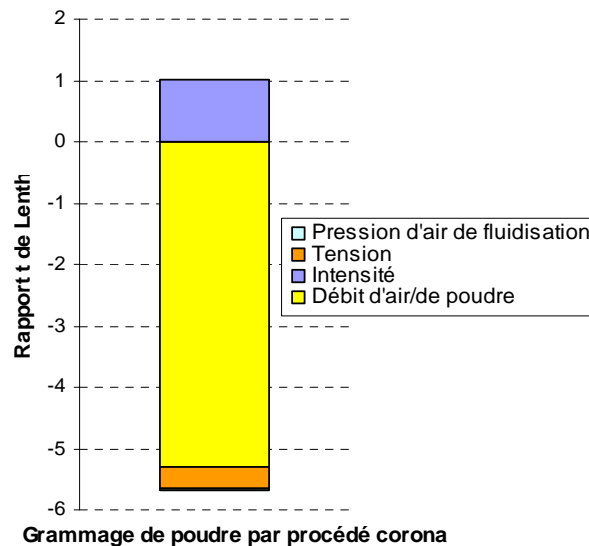
• Répartition des essais selon le poudrage :

A la suite des essais réalisés selon les plans expérimentaux, nous avons pu calculer que la moyenne des grammages de poudre avec le procédé corona est de 85 g/m² environ (étendue de 25 g/m²).

Il semble néanmoins nécessaire de trouver des paramètres de poudrage différents de ceux que nous avons testés pour obtenir un grammage de poudre supérieur à 85 g/m².

• Les paramètres de poudrage les plus influents sur le grammage :

Le criblage effectué avec le logiciel d'analyse statistique et la détermination des rapports t de Lenth nous a permis de construire la figure suivante :



Influences des paramètres des pistolets corona sur le grammage de poudre

L'observation de ces histogrammes nous permet de dire que :

Il est flagrant qu'une modification de niveau du débit d'air et de poudre fait évoluer fortement le grammage de poudre. En particulier, une augmentation de ce débit fait baisser considérablement la quantité de poudre qui se fixe au MDF (passage de 110 g/m² à 55 g/m² de poudrage du niveau 0 au niveau 2 du débit du mélange air-poudre). L'intensité du courant électrique passant dans le matériel n'a pas d'influence dans le modèle mathématique déterminé. Néanmoins, il semble que lorsque l'intensité augmente, la quantité de poudre fixée sur l'éprouvette augmente également. La tension du courant électrique et la pression d'air de fluidisation n'ont vraiment pas d'influence sur l'évolution du grammage de poudre car un changement de niveau de ces paramètres ne modifie pas beaucoup le grammage de poudre (toujours compris entre 80 et 90 g/m² quels que soient les réglages de ces deux paramètres).

En ce qui concerne les interactions entre les facteurs de poudrage, le logiciel indique que seules celles qui mettent en jeu les facteurs les plus influents ont une signification sur le modèle et le grammage de poudre. En effet, la pression d'air de fluidisation n'a vraiment pas d'importance.

• Relation grammage de poudre-épaisseur de feuille finale :

L'ensemble des essais et résultats obtenus pour cette étude sont disponibles dans les tableaux suivants :

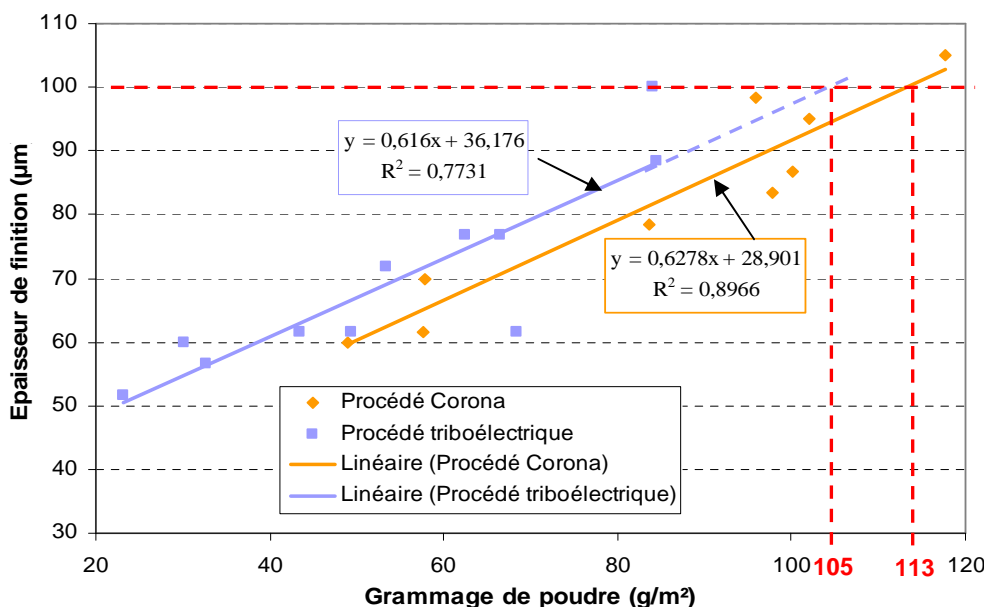
essai	Eprouvette 1					Eprouvette 2				
	Masse brute (g)	Masse poudrée (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Épaisseur (µm)	Masse brute (g)	Masse poudrée (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Épaisseur (µm)
1	628,39	632,33	3,94	87,56	100	624,78	629,2	4,42	98,22	100
2	714,48	719,3	4,82	107,11	100	624,85	630,31	5,46	121,33	110
3	714,43	717,58	3,15	70,00	85	624,9	630,29	5,39	119,78	100
4	628,56	632,94	4,38	97,33	85	714,46	717,73	3,27	72,67	75
5	628,52	633,45	4,93	109,56	80	624,86	629,86	5	111,11	90
6	714,84	718,64	3,8	84,44	90	625,07	629,88	4,81	106,89	85
7	625,03	627,85	2,82	62,67	70	714,76	716,12	1,36	30,22	55
8	628,9	631,74	2,84	63,11	60	624,98	627,95	2,97	66,00	80
9	714,64	717,37	2,73	60,67	55	628,87	631,28	2,41	53,56	65

Eprouvette 3					Moyenne				Observations
Masse brute (g)	Masse poudrée (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Etendue	Epaisseur (µm)	
714,41	719,01	4,60	102,22	95	4,32	96,00	14,67	98,33	Bien
628,54	634,15	5,61	124,67	105	5,30	117,70	17,56	105,00	Bien
628,56	633,78	5,22	116,00	100	4,59	101,93	49,78	95,00	Assez bien
624,9	628,53	3,63	80,67	75	3,76	83,56	24,67	78,33	Moyen
714,45	718,05	3,60	80,00	90	4,51	100,22	31,11	86,67	Bien
629,09	633,67	4,58	101,78	75	4,40	97,70	22,44	83,33	Bien
628,98	631,41	2,43	54,00	55	2,20	48,96	32,44	60,00	Moyen
714,72	716,73	2,01	44,67	70	2,61	57,93	21,33	70,00	Moyen
624,9	627,55	2,65	58,89	65	2,60	57,70	7,11	61,67	Assez bien
					3,81	84,63	24,57	82,04	

Effet des facteurs :

	niveaux	A	B (µA)	C (kV)	D (bar)
Moyenne	1	105,21	76,17	83,88	84,64
	2	93,83	91,95	86,32	88,12
	3	54,86	85,78	83,70	81,14
Etendue	1	27,33	23,93	19,48	17,63
	2	26,07	23,33	16,44	24,15
	3	20,30	26,44	37,78	31,93

Le graphique de la relation grammage-épaisseur est disponible dans la figure ci-dessous. Les droites sont des régressions linéaires afin de visualiser l'évolution des deux caractéristiques.



Relation entre le grammage de poudre et l'épaisseur de feuil final pour les deux procédés de poudrage

Les points constituant ce graphique sont relativement éloignés des régressions linéaires (coefficients de corrélation assez faibles), ce qui montre que le modèle n'est pas parfaitement satisfaisant pour décrire la relation entre le grammage de poudre et l'épaisseur de finition. Cependant, il donne des renseignements sur ces 2 éléments, qui peuvent par la suite être améliorés « à tâtons ».

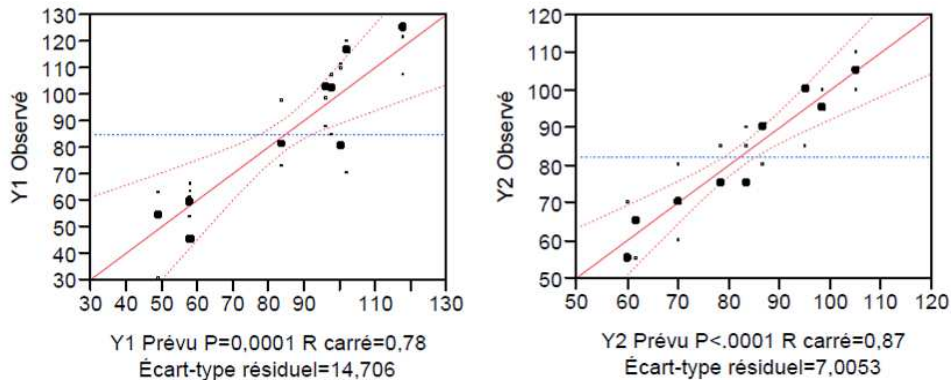
• **Amélioration des paramètres de poudrage pour obtenir 100 µm**

D'après la régression linéaire, pour obtenir une épaisseur de feuil aux alentours d'une centaine de microns, il est nécessaire d'appliquer entre 105 et 113 g/m² de poudre sur les éprouvettes de MDF dense. Cette valeur de grammage est assez peu différente de celle obtenue dans les locaux de l'entreprise *Ecofia*.

Puisque nous avons pu établir la relation qu'il y avait entre le grammage de poudre et l'épaisseur de feuil finale, nous savons quelle quantité de poudre il faut appliquer au substrat pour obtenir une

ANNEXES

certaine épaisseur de feuil sec. La fonction profileur de prévision nous permet alors de nous donner les niveaux de facteurs les plus adaptés dans le domaine d'étude pour l'obtention de la réponse souhaitée, à savoir le grammage de poudre nécessaire pour chaque procédé de poudrage. Le compte rendu complet de l'ajustement selon la méthode des moindres carrés est disponible ci-dessous :



Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	8	13942,674	1742,83	8,0588
Résidus	18	3892,746	216,26	Prob. > F
Total	26	17835,420		0,0001*

Analyse de la variance : grammage de poudre

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	8	6129,6296	766,204	15,6132
Résidus	18	883,3333	49,074	Prob. > F
Total	26	7012,9630		<,0001*

Analyse de la variance : épaisseur de finition

Source	Nombre de coefficients	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Prob. > F
X1	2	2	12546,518	29,0075	<,0001*
X2	2	2	1137,904	2,6308	0,0995
X3	2	2	38,589	0,0892	0,9150
X4	2	2	219,662	0,5079	0,6102

Test des coefficients : grammage de poudre

Source	Nombre de coefficients	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Prob. > F
X1	2	2	5696,2963	58,0377	<,0001*
X2	2	2	368,5185	3,7547	0,0434*
X3	2	2	51,8519	0,5283	0,5985
X4	2	2	12,9630	0,1321	0,8771

Test des coefficients : épaisseur de finition

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés	Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	84,634444	2,830153	29,90	<,0001*
X1[L1]	20,575556	4,002441	5,14	<,0001*
X1[L2]	9,1933333	4,002441	2,30	0,0338*
X1[L3]	-29,76889	4,002441	-7,44	<,0001*
X2[L1]	-8,461111	4,002441	-2,11	0,0487*
X2[L2]	7,3166667	4,002441	1,83	0,0842
X2[L3]	1,1444444	4,002441	0,29	0,7782
X3[L1]	-0,757778	4,002441	-0,19	0,8520
X3[L2]	1,6877778	4,002441	0,42	0,6782
X3[L3]	-0,93	4,002441	-0,23	0,8189
X4[L1]	0,0088889	4,002441	0,00	0,9983
X4[L2]	3,4888889	4,002441	0,87	0,3949
X4[L3]	-3,497778	4,002441	-0,87	0,3937

Estimation des coefficients codés : grammage de poudre

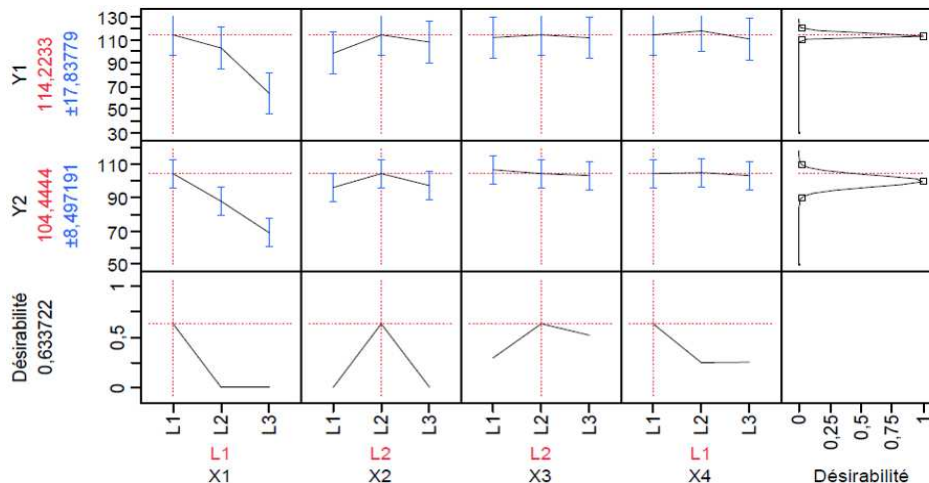
Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés	Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	82,037037	1,348168	60,85	<.0001*
X1[L1]	17,407407	1,906598	9,13	<.0001*
X1[L2]	0,7407407	1,906598	0,39	0,7022
X1[L3]	-18,14815	1,906598	-9,52	<.0001*
X2[L1]	-3,148148	1,906598	-1,65	0,1160
X2[L2]	5,1851852	1,906598	2,72	0,0141*
X2[L3]	-2,037037	1,906598	-1,07	0,2995
X3[L1]	1,8518519	1,906598	0,97	0,3443
X3[L2]	-0,37037	1,906598	-0,19	0,8482
X3[L3]	-1,481481	1,906598	-0,78	0,4472
X4[L1]	0,1851852	1,906598	0,10	0,9237
X4[L2]	0,7407407	1,906598	0,39	0,7022
X4[L3]	-0,925926	1,906598	-0,49	0,6331

Estimation des coefficients codés : épaisseur de finition

Les réponses du logiciel sont indiquées dans la figure ci-après.

Lors de la vérification de ces paramètres, nous n'avons pas atteint exactement les grammages indiqués, mais à l'aide des diagrammes des effets des facteurs selon leur niveau, nous pouvons avoir une idée de ceux que nous devons modifier en priorité pour changer les valeurs du grammage de poudre au plus vite. En effet, il est possible de faire une extrapolation maîtrisée, en utilisant le modèle mathématique établi pour choisir des modalités de facteurs intermédiaires. Nous faisons l'hypothèse que, dans le voisinage du domaine d'étude, les tendances indiquées par le modèle sont encore acceptables. La pratique montre qu'effectivement, c'est un moyen efficace pour orienter une étude vers la solution souhaitée.



Optimisation par le logiciel du poudrage par pistolet corona

L'ensemble des essais réalisés pour obtenir une épaisseur d'environ 100 µm de finition est donné dans les figures suivantes :

Modalités des facteurs:

Paramètres	Essais				
	1	2	3	4	5
Débit d'air/de poudre	0	0	1	1	0
Intensité (µA)	7	13	13	20	15
Tension (kV)	45	45	45	45	45
Pression air de fluidisation (bar)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5

Résultats:

essai	Epruvette 1					Epruvette 2				
	Masse brute (g)	Masse poudrée (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)	Masse brute (g)	Masse poudrée (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)
1	665,25	670,04	4,79	106,44	130	669,81	674,8	4,99	110,89	135
2	692,33	696,24	3,91	86,89	110	692,21	696,32	4,11	91,33	105
3	690,12	694,51	4,39	97,56	115	700,53	705,44	4,91	109,11	130
4	665,53	670,04	4,51	100,22	120	672,75	677,17	4,42	98,22	115
5	665,61	670	4,39	97,56	115	695,65	700,24	4,59	97,56	110

essai	Epruvette 3		
	Masse brute (g)	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)
1	650,38	655,45	5,1
2	667,65	671,56	3,91
3	696,47	701,06	4,6
4	673,83	678,31	4,5
5	674,54	678,85	4,3

essai	Moyenne		
	Masse de poudre (g)	Grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)
1	4,95	110,00	6,22
2	3,98	88,37	4,44
3	4,63	102,89	11,56
4	4,47	99,33	2,00
5	4,36	96,96	1,78

Ajustement des paramètres de poudrage pour le procédé corona

A la suite de ces essais nous pouvons dire que les paramètres optimaux pour obtenir une centaine de microns avec cette poudre 700LB *silver grainé* (DJA 208/6) sont les suivants :

Paramètre de poudrage	
Débit d'air/de poudre	0
Intensité (µA)	13
Tension (kV)	45
Pression air de fluidisation (bar)	0,5
Grammage de poudre (g/m²)	92,58
Epaisseur de peinture (µm)	101,67

Paramètres optimaux pour 100 µm avec la poudre grise silver grainé 700LB

Remarque : Nous remarquons que pour obtenir une telle épaisseur, il nous a fallu appliquer moins de poudre que ce qui était indiqué. Ceci est le reflet du fait qu'une régression linéaire ne représente pas exactement la réalité dans les comportements de l'application d'une finition poudre, mais elle peut seulement donner une idée de ces comportements.

• Vérification des paramètres avec des poudres différentes :

Une fois les paramètres de poudrage fixés pour chaque procédé de pulvérisation de poudre, nous pouvons vérifier que cela fonctionne avec un plus grand panel de poudres. Les poudres utilisées sont

ANNEXES

constituées à base de polyesters et de composés époxydiques (*Interpon 100LB*) ou constituées uniquement de molécules époxydiques (*100LB*), distribuées par la société *Akzo Nobel*.

Voici les différentes poudres que nous avons testées et les résultats globaux obtenus en termes d'épaisseur de feuil finale dans le tableau ci-dessous :

N° d'essai	Nature de la poudre	Grammage de poudre (g/m ²)	Etendue	Epaisseur (µm)
1	700LB, gris silver grainé	88,37	4,44	101,67
2	700LB, RAL8014, grainé mat (marron)	100,52	13,33	100,00
3	100LB, RAL7015, lisse mat (gris)	75,56	4,22	95,00
4	100LB, RAL9010, lisse mat (blanc)	91,33	6,89	103,33
5	100LB, rouge lisse mat	57,93	1,56	73,33
6	100LB, vernis lisse mat	12,07	0,89	Non mesurable
7	700LB, primaire ponçable blanc	3,11	0,44	Non mesurable
8	640UV, RAL3020, lisse mat (rouge)	69,48	0,89	76,67
9	640UV, RAL7015, lisse mat (gris)	43,19	2,89	55,00
10	640UV, vernis lisse satiné	14,37	2,00	Non mesurable
11	340UV, primaire ponçable blanc	2,81	0,22	Non mesurable

Relation grammage de poudre-épaisseur de finition pour différentes poudres

Pour la poudre 100LB gris RAL 7015 grainé (DJC 208/4) (essai 3), nous observons une épaisseur de finition assez importante par rapport au grammage de poudre. Ceci est certainement dû car les bords de l'éprouvette n'ont pas été recouverts correctement. De ce fait, il semblerait que la poudre se soit concentrée au milieu de l'éprouvette (mesure de l'épaisseur de feuil au centre de l'éprouvette). D'une manière générale, cette poudre ne se fixe pas aussi bien sur le substrat que la poudre silver grain (essais 1).

En ce qui concerne la poudre 100LB rouge grainé (DJC 207/6) (essai 5), il y a une assez faible épaisseur de finition car moins de poudre se fixe sur l'éprouvette par rapport à la poudre silver grain. Il y a tout d'abord moins de poudre qui est propulsée du pistolet et de plus, la poudre se fixe plus sur la table métallique (zone de poudrage). Aussi, l'épaisseur de finition obtenue est un peu élevée par rapport au grammage de poudre, ce qui peut être dû au fait que la poudre utilisée donne un aspect granuleux à la finition. La surface n'étant pas parfaitement lisse, la rugosité implique une épaisseur de feuil hétérogène.

La poudre 100LB blanc RAL 9010 (DJB 214/4) lisse mat (essais 4), la poudre 640UV rouge RAL 3020 lisse mat (DJB 211/5) (essai 8) et la poudre 640UV gris RAL 7015 lisse mat (DJB 212/5) (essai 9) semblent se comporter de manière similaire à la peinture silver grain si on compare le grammage de poudre et l'épaisseur de finition. Cependant, pour ces 3 poudres, on note un recouvrement des bords de l'éprouvette plutôt mauvais (cf. figure suivante). Aussi avec les mêmes paramètres de poudrage, la quantité de poudre déposée est inférieure à celle obtenue avec la poudre silver grain lorsque, que ce soit avec le pistolet triboélectrique ou avec le pistolet corona (sauf pour la poudre blanche avec le procédé corona (essai 4)).

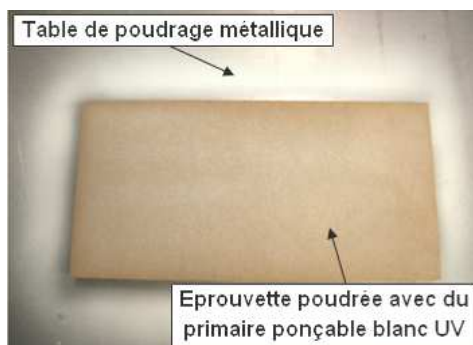


Manque de recouvrement des extrémités des éprouvettes

Avec la poudre 700LB brun RAL 8014 grainé (FM351F), le recouvrement de la totalité de l'éprouvette est bien meilleur qu'avec les autres poudres. L'épaisseur de feuil est faible par rapport au grammage de poudre obtenu (essai 2). Ceci est peut-être dû au fait que les particules sont beaucoup plus petites que celles de la poudre silver grain, ce qui fait qu'une même masse de poudre déposée sur l'éprouvette ne représente pas forcément la même répartition de poudre sur le substrat et donc une épaisseur moins importante car les particules rentreraient dans les aspérités du substrat, n'étant alors pas prises en compte dans l'épaisseur de finition.

ANNEXES

Les essais réalisés avec les primaires en poudre ponçables et les vernis n'ont pas permis d'obtenir d'éprouvettes polymérisées car la quantité de poudre propulsée par le pistolet était trop insuffisante et la poudre était plus particulièrement attirée par la table de poudre que par le MDF.



Attraction de la poudre sur la table de poudrage au détriment du MDF

Nous pouvons dire en conclusion qu'il a été difficile de reproduire les résultats obtenus avec la poudre silver grain sur les autres poudres étudiées. Il n'y a qu'avec la poudre blanche IR que nous avons réussi à obtenir une centaine de microns en respectant le grammage de poudre. La poudre marron IR a, elle aussi, donné des résultats encourageants.

La première analyse à ces résultats nous amène à penser que peut-être l'étude initiale avec la peinture silver grain n'était pas représentative du lot et que les paramètres utilisés pour son poudrage ne sont pas adaptés aux autres finitions. Cependant, il ne s'agissait pas d'étudier les réglages de paramètres exacts pour chaque peinture, mais de comparer le comportement des poudres entre elles en fonctions de leurs caractéristiques.

Il ne semble pas que la couleur des poudres, donc la nature des pigments et des colorants contenus dedans, joue un rôle dans les différences de poudrage que l'on obtient.

Les difficultés des autres poudres vis-à-vis du poudrage peuvent être liées à de nombreux facteurs et il est intéressant de relier les caractéristiques physico-chimiques des poudres avec leur comportement au poudrage (analyses chimiques à l'appui : fluidité, granulométrie, chimie, ...).

Nous pouvons déjà dire les choses suivantes :

- Les poudres testées dans cette étude sont plus anciennes que la poudre silver grainée (environ 2 ans d'âge), ce qui peut être à l'origine du fait que le poudrage s'effectue moins bien. En effet, une poudre stockée et utilisée anciennement a tendance à s'agglomérer dans le bain fluidisé et à être moins fluide.

- Il y a des poudres qui permettent d'obtenir plus d'épaisseur de finition par rapport au grammage de poudre. Le plus souvent, c'est parce que la poudre se concentre au centre de l'éprouvette et ne se fixe pas en périphérie de l'éprouvette. Ces poudres sont plus sensibles que d'autres à la conductivité du substrat et s'agglomèrent plus là où l'humidité du subjectile est la plus importante. Dans l'ensemble, il s'agit le plus souvent de peintures à polymérisation sous rayonnement IR seulement.

- Certaines poudres, elles, ne permettent pas d'obtenir une grande épaisseur de feuillet par rapport au grammage de poudre. Apparemment, il s'agirait d'un problème de fluidité de ces poudres à associer avec la taille des particules. Un stockage trop important de poudre peut être à l'origine d'un tel comportement. Le comparatif des fluidités des poudres et de leur granulométrie propre est disponible dans le tableau ci-après.

Méthode de mesure de la fluidité :

La mesure de la fluidité des poudres a été effectuée avec l'appareil AS 100 de la société Sames selon les normes françaises NF T 30 500 et NF T 30 501 ainsi que la norme internationale ISO/DIS 8130-5. Il faut insérer 250 g de poudre dans le container de fluidisation dans lequel on ajuste l'arrivée d'air à 200 l/h. Une fois que la poudre a atteint son niveau haut maximum, on mesure la hauteur de poudre H1. On mesure ensuite la hauteur de poudre H0 non fluidisée lorsque l'arrivée d'air est coupée. On ouvre ensuite le fond du container afin de laisser la poudre s'écouler dans la coupe de pesée. La masse de poudre m récupérée est ensuite pesée. Le facteur de fluidité R est calculé de la manière

ANNEXES

suivante : $R=mx(H1/H0)$. Pour information et pour une poudre époxydique, $R>140$: très bonne, $120<R<140$: bonne, $80<R<120$: médiocre, $R<80$: mauvaise.

Poudre	Répartition granulométrique			Diamètre moyen (μm)	Fluidité
	$\%<10\mu\text{m}$	$10\mu\text{m}<\%<75\mu\text{m}$	$75\mu\text{m}<\%<90\mu\text{m}$		
700LB, RAL8014, grainé mat (marron)	7,25	77,90	7,23	40	136
100LB, RAL7015, lisse mat (gris)	6,81	69,86	8,88	46,2	166
100LB, RAL9010, lisse mat (blanc)	6,43	72,71	8,10	43,4	176
100LB, rouge lisse mat	6,06	66,06	9,65	50,6	140
100LB, vernis lisse mat	6,42	72,55	8,66	45,1	152
700LB, primaire ponçable blanc	5,28	67,28	9,93	51,3	134
340UV, primaire ponçable blanc	4,35	79,46	7,94	43,3	138

Caractéristiques granulométriques et de fluidité des poudres

On voit en particulier que les particules de la poudre 700LB marron sont très petites ($40\mu\text{m}$), ce qui peut être à l'origine de la faible épaisseur de feuil obtenue par rapport au grammage de poudre sur les éprouvettes. D'autre par, la fluidité de cette poudre reste assez faible, ce qui n'aide pas sa pulvérisation. La poudre 100LB blanche est par contre, très fluide (176) avec une taille de particules réduite, ce qui pourrait être à l'origine du fait que moins de poudre (en masse) est pulvérisée avec les mêmes paramètres de poudrage et de temps de poudrage. La poudre rouge 100LB est plutôt grossière et peu fluide, c'est pour cette raison que la pulvérisation n'était pas homogène et que des « grumeaux » se sont formés en surface du support. Pour les vernis et les primaires, la combinaison d'un diamètre moyen de particule relativement élevé avec des fluidités assez faibles ont été une des causes principales de l'échec des essais.

- Les primaires et les vernis, qu'ils soient à polymérisation IR ou UV sont également plus difficiles à poudrer que les autres poudres. Ceci peut être dû au fait qu'ils n'ont pas la même composition chimique que les peintures qui ont des colorants et pigments dans leur formulation. Ainsi, nous pouvons penser que la présence de pigments et de colorants aide au poudrage des finitions poudres. D'autre part, il n'a pas été possible de mesurer la granulométrie et la fluidité car ces poudres étaient généralement mottées ; ce qui peut expliquer leur mauvais comportement.

- Il semblerait que les poudres qui polymérisent sous rayonnement UV créent des films de finitions assez fins par rapport au grammage de poudre. Le passage sous les lampes UV permet à la poudre de polymériser encore plus que les poudres IR et d'avoir un aspect vraiment lissé. Ceci peut-être à l'origine de films plus tendus, plus compacts et plus fins.

- Aussi, le poudre à polymérisation UV ne se fixent pas si bien que les autres sur le substrat avec les mêmes paramètres de poudrage, ce qui nous pousse à penser que les poudres avec des photo ionisateurs UV sont plus difficiles à charger électrostatiquement.




- Nous pouvons faire la même remarque pour les poudres 100LB par rapport aux poudres 700LB car en moyenne, 73 g/m^2 de poudre 100LB ont été appliquée sur le MDF, contre 93g/m^2 pour la poudre 700LB. Nous pouvons donc imaginer que les poudres époxydiques pures sont moins facilement applicables que les poudres mixtes.

• Vérification des paramètres avec des substrats différents

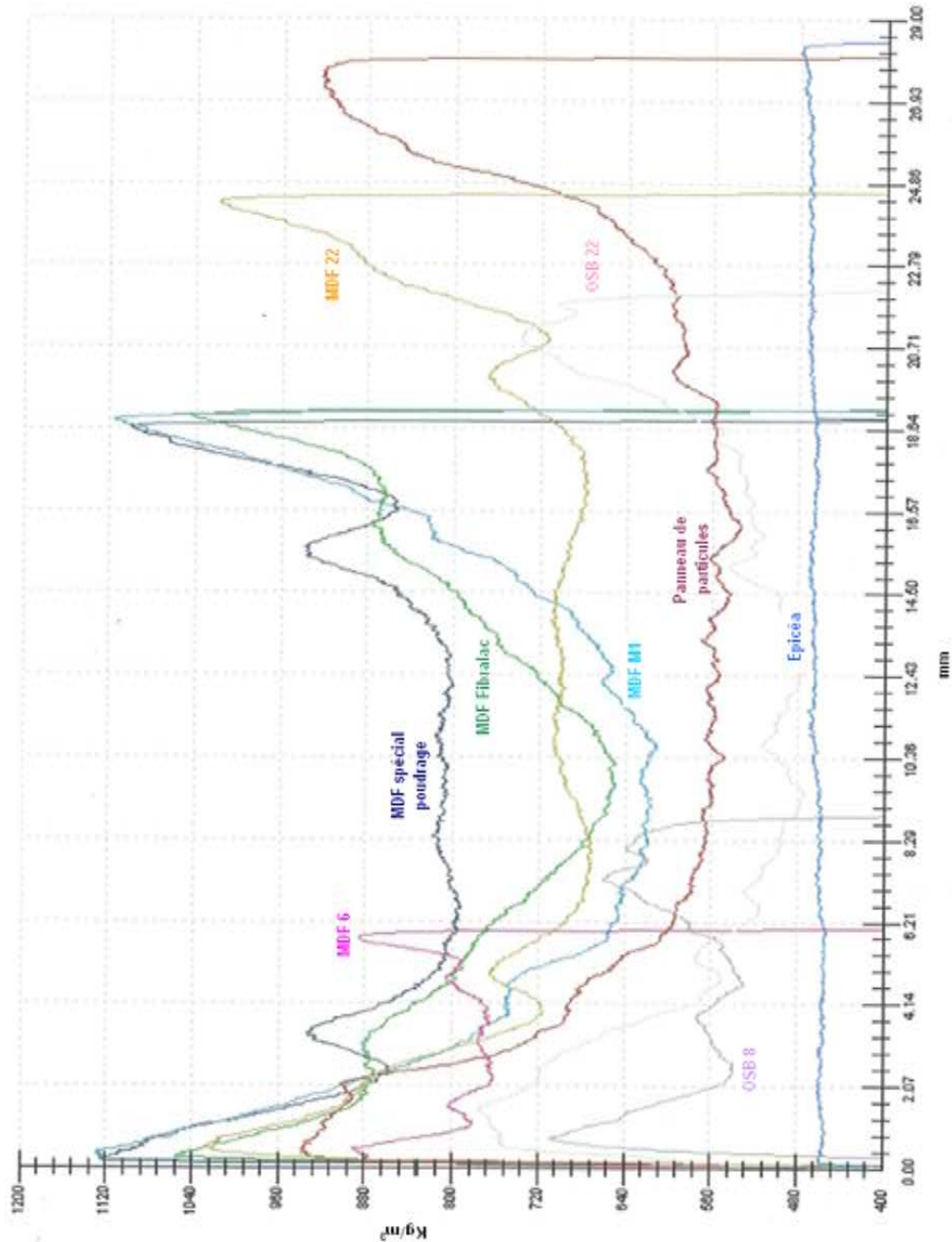
Nous étudions la relation grammage de poudre-épaisseur de feuil final sur des substrats différents et avec une poudre 700LB rouge RAL3020 appliquée par système corona.

Les caractéristiques des substrats lors des expérimentations sont résumées dans le tableau ci-dessous complémenté par le profil de densité présenté dans la figure qui suit :

Substrat	Epaisseur (mm)	Densité moyenne (kg/m^3)	Densité de surface (kg/m^3)	Humidité (%)	Usinage	Etat de surface
MDF standard	19	794	1050	6,41	non	lisse
MDF M1	19	774	1123	5,91	non	lisse
MDF spécial poudre	19	906	1113	11,16	non	lisse
MDF 25mm	25	730	1023	12,94	non	lisse
MDF 6mm	6	813	888	6,71	non	lisse

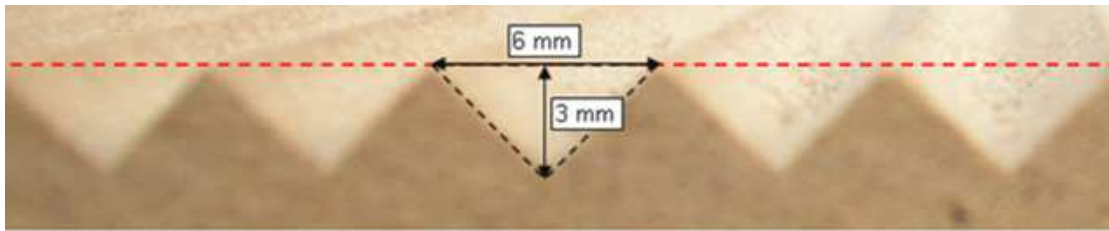
MDF usiné 1		17,5	792		5,96	oui	lisse
MDF usiné 2		17,5	757		5,88	oui	lisse
MDF usiné 3		15,5	813		5,88	oui	lisse
OSB 22mm		22	613	757	7,23	non	rugueux
OSB 8mm		8	656	685	7,03	non	rugueux
Panneau de particules		28	668	931	7,03	non	rugueux
Bois d'épicéa		28	442	475	9,36	non	Poreux
Bois de mélèze traité thermiquement		21	403		3,41	non	poreux

Caractéristiques physiques des substrats étudiés



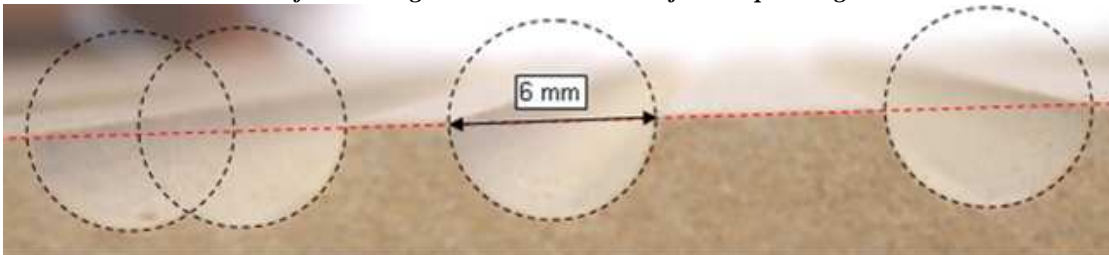
Profils de densité des substrats étudiés

Pour le calcul des surfaces de poudrage des panneaux de MDF usinés, se référer aux figures suivantes qui les schématisent et présentent des techniques de calcul des surfaces recouvertes par la poudre.



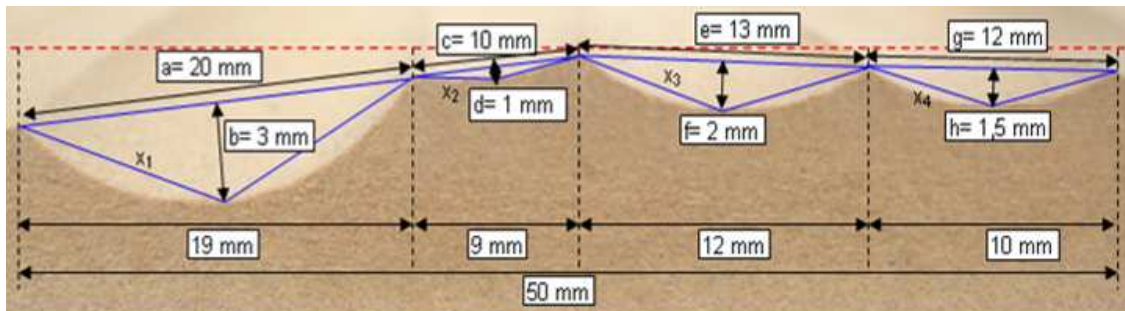
Une longueur de 6 mm \Leftrightarrow 2 hypoténuses de triangle rectangle = $2 \times 3\sqrt{2} = 6\sqrt{2}$
 Sur une distance, il y a la moitié qui est usinée $\Leftrightarrow L = (L/6) \times (6\sqrt{2}) = L \times \sqrt{2}$
 \Rightarrow Surface réelle = $150 \times \sqrt{2} \times 300 = 63630 \text{ mm}^2 = 63630 \times 10^{-6} \text{ m}^2$

Profil d'usinage n°1 - calcul de la surface de poudrage



Une longueur de 6 mm en surface plane \Leftrightarrow 1/2 périmètre du cercle d'usinage = 3π
 Sur une distance, il y a la moitié qui est usinée $\Leftrightarrow L = L/2 + 3\pi L/12 = (L/2) \times (1 + 3\pi/6)$
 \Rightarrow Surface réelle = $(150/2) \times (1 + 3\pi/6) \times 300 = 57842 \text{ mm}^2 = 57842 \times 10^{-6} \text{ m}^2$

Profil d'usinage n°2 - calcul de la surface de poudrage



Une longueur de 50 mm $\Leftrightarrow 2x_1 + 2x_2 + 2x_3 + 2x_4$
 $x_1 = \sqrt{((a/2)^2 + b^2)}$ $x_2 = \sqrt{((c/2)^2 + d^2)}$ $x_3 = \sqrt{((e/2)^2 + f^2)}$ $x_4 = \sqrt{((g/2)^2 + h^2)}$
 \Rightarrow Surface réelle = $3 \times 50 \text{ mm} \times 300 \text{ mm} = 6 \times (x_1 + x_2 + x_3 + x_4) \times 300 \text{ mm} = 51344,49 \text{ mm}^2 = 51345 \times 10^{-6} \text{ m}^2$

Profil d'usinage n°3 - calcul de la surface de poudrage

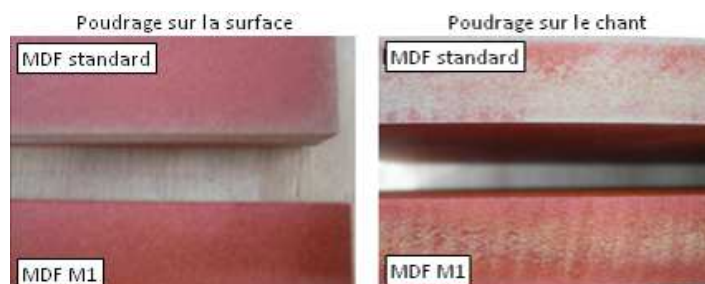
L'ensemble des résultats en termes de grammage de poudre et d'épaisseur de finition est visible dans les deux tableaux suivants :

N° essai	Type de substrat	Paramètres poudrage Corona				Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m²)	Moyenne grammage (g/m²)	Épaisseur corona (µm)	Moyenne épaisseur (µm)	Observations
		A	B	C	D							
1	MDF Fibrilac	0	#	45	0,5	651,1	653,6	55,56	57,04	100	100,00	
						647,1	649,6	55,56				
						678,4	681,1	60,00				
2	MDF M ₁	0	#	45	0,5	644,5	648,6	91,11	97,78	125	121,67	Beaucoup de poudre se fixe
						639,4	643,8	97,78				
						646,2	650,9	104,44				
3	MDF spécial poudre	0	#	45	0,5	739,9	744	91,11	100,00	130	123,33	Beaucoup de poudre se fixe
						746,1	750,8	104,44				
						745,2	749,9	104,44				
4	MDF 25 mm	0	#	45	0,5	814,9	818,9	88,89	88,15	120	116,67	
						814,1	818,2	91,11				
						813,9	817,7	84,44				
5	MDF 6 mm	0	#	45	0,5	220,8	225,3	100,00	98,52	120	121,67	Moins épais, mais plus dense
						221,3	225,5	93,33				
						222,3	226,9	102,22				
6	MDF usiné 1 longitudinal	0	#	45	0,5	553,9	556,9	47,14	48,19	120	118,33	Mauvaise fixation sur les angles
						527,1	530,4	51,85				
						572,2	575,1	45,57				
7	MDF usiné 1 transversal	0	#	45	0,5	566,1	568,5	37,71	40,33	110	106,67	Fixation encore inférieure car application
						568,7	571,4	42,43				
						551,9	554,5	40,86				

N° essai	Type de substrat	Paramètres poudrage Corona					Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m²)	Moyenne grammage (g/m²)	Épaisseur corona (µm)	Moyenne épaisseur (µm)	Observations
		A	B	C	D	E							
8	MDF usiné 2 longitudinal	0	13	45	0,5	5	589,4	591,8	41,49	40,34	150	110,00	150 microns dans les creux et 70 microns en surface
							595,7	598,1	41,49		70		
							609,6	611,8	38,03				
9	MDF usiné 2 transversal	0	13	45	0,5	5	600,5	603,1	44,95	42,07	155	102,50	155 microns dans les creux et 50 microns en surface
							598,8	601,2	41,49		50		
							610,5	612,8	39,76				
10	MDF usiné 3 longitudinal	0	13	45	0,5	5	430,7	433,1	46,74	44,80	150	112,50	150 microns dans les creux et 75 microns en surface
							437,8	440	42,85		75		
							442,5	444,8	44,80				
11	MDF usiné 3 transversal	0	13	45	0,5	5	447	449,8	54,53	45,44	120	97,50	120 microns dans les creux et 75 microns en surface
							443,5	445,9	46,74		75		
							438,5	440,3	35,06				
12	OSB 22 mm	0	13	45	0,5	5	601,3	604,9	80,00	82,22	100	103,33	
							575,4	579,2	84,44		105		
							600,7	604,4	82,22		105		
13	OSB 8 mm	0	13	45	0,5	5	248,4	252,3	86,67	82,96	100	108,33	Un peu plus dense même si moins épais
							244,9	248,5	80,00		115		
							238,1	241,8	82,22		110		
14	Panneau de particules	0	13	45	0,5	5	494,2	497,1	64,44	62,96	100	100,00	Beaucoup de poudre par rapport au grammage
							488,6	491,4	62,22		100		
							470,8	473,6	62,22		100		
15	Bois d'épicéa	0	13	45	0,5	5	427,8	430,1	51,11	53,33	140	146,67	Enormément de poudre se fixe par rapport au grammage
							382	384,5	55,56		150		
							394,9	397,3	53,33		150		
16	Bois de mélèze chauffé	0	13	45	0,5	5	196,6	197	8,89	8,15	40	41,67	Application difficile, fixation selon les cernes et noeuds
							195,8	196,1	6,67		45		
							194,4	194,8	8,89		40		

Détail des résultats des essais de poudrage sur différents substrats

Les résultats de l'étude indiquent tout d'abord que les panneaux de fibres ignifugés M₁ et spécial poudre reçoivent beaucoup plus de poudre qu'un panneau de fibres classique de type *Fibralac* avec des épaisseurs de finition supérieures à 120 µm.



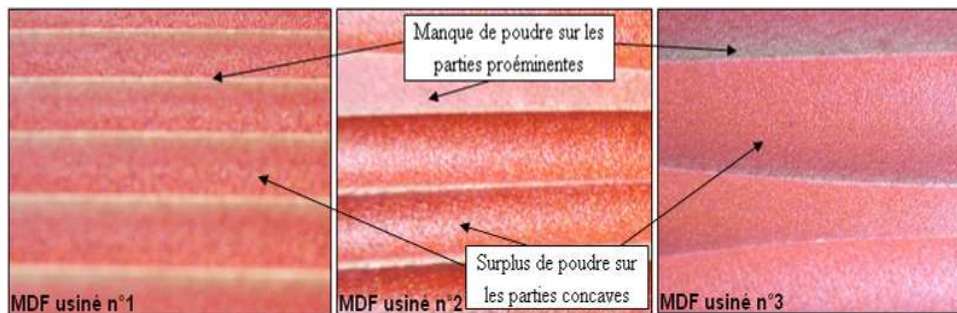
Comparatif de l'état de surface de panneaux de MDF M1 et Fibralac

ANNEXES

Le poudrage du MDF de 6mm d'épaisseur permet d'avoir une épaisseur de finition aussi élevée qu'avec les substrats précédents et avec le MDF de 25 mm d'épaisseur, l'épaisseur de feuil obtenu est assez élevée aussi, bien qu'inférieure à celle obtenue avec les MDF spécial poudre (116 g/m² environ).

Les résultats des épaisseurs de poudre sur les MDF usinés sont bons, mais ils sont faussés à la vue du grammage de poudre obtenu dans tous les cas. En effet, ceux-ci sont faibles car la quantité de poudre fixée par les substrats n'est pas supérieure à celle obtenue avec les autres substrats, alors que la surface, elle, l'est.

Une constatation d'un poudrage hétérogène sur ces panneaux usinés peut être faite lorsqu'on observe leur état de surface après poudrage. Sur le MDF usiné n°1, les parties anguleuses (pics), ne sont pas du tout recouvertes de poudre, alors que dans les parties creuses et profondes, une forte quantité de poudre s'est déposée, donnant une épaisseur de poudre de 150 µm environ. Ce phénomène est retrouvé également pour les deux autres panneaux usinés.



Défauts de dépôt de poudre sur les panneaux de MDF usinés

Nous remarquons que les MDF usiné n°1 et usiné n°3 captent un peu plus de poudre que l'usiné n°2. Ceci peut s'expliquer par une différence de densité des éprouvettes (757 kg/m³ pour l'usiné n°2, contre 790 kg/m³ pour l'usiné n°1 et 810 kg/m³ pour l'usiné n°3), mais également par le fait que ce type d'usinage présente plus de parties superficielles planes que les autres usinages qui n'ont que des arrêtes comme parties proéminentes.

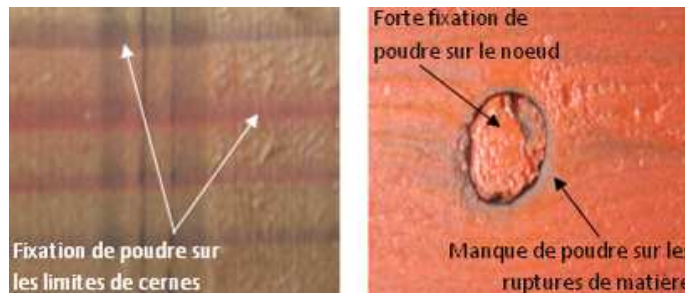
Nous constatons aussi que, dans le cas du l'usinage n°1, l'épaisseur de poudre est légèrement plus élevée lorsque le défonçage est dans le sens longitudinal donc dans le sens du poudrage que lorsque l'usinage est transversal. Ceci est sans doute dû au fait que les obstacles sont moins importants dans le sens longitudinal (moins de relief) et que le contournement d'obstacle nécessaire par les particules est moins important.

- Avec l'OSB, l'épaisseur de poudre atteint la centaine de microns. L'épaisseur est toutefois un peu plus épaisse sur l'OSB de 8 mm d'épaisseur que sur l'OSB de 22 mm d'épaisseur (108 µm contre 103µm, alors que le grammage de poudre n'augmente pas d'un panneau à l'autre. Cela est certainement du un un différentiel de densité et d'état de surface.

- Le panneau de particules de 28 mm d'épaisseur est un substrat qui capte moins bien la poudre que les panneaux de MDF standard non usinés et l'OSB. En effet, le grammage de poudre est bien inférieur aux autres (63 g/m²). Cependant, l'écart entre le grammage de poudre et l'épaisseur de finition polymérisée est un peu augmenté par rapport à ces autres substrats puisque l'épaisseur obtenue est égale à 100 µm. Cela indique qu'il faut moins de poudre sur le panneau de particules pour obtenir une épaisseur de finition équivalente aux autres substrats.

- Une forte épaisseur de poudre est obtenue sur le bois d'épicéa par rapport à la quantité de poudre déposée (147 µm pour 53 g/m²). Comme pour le panneau de particules, il faut beaucoup moins de poudre pour obtenir une épaisseur de finition équivalente à celle des autres substrats.

- Le bois traité thermiquement semble être très difficile à poudrer. Très peu de poudre se fixe sur sa surface et de ce fait, très peu d'épaisseur de finition est obtenue (41 µm seulement). Nous pouvons noter que la poudre a tendance à se fixer plus sur la ligne de limite de cerne, là où le bois est le tissu cellulaire est le plus resserré, donc là où le bois est le plus dense. D'ailleurs, nous pouvons vérifier que les nœuds sont plus poudrés que les parties de bois homogènes.



Défauts de poudrage sur le bois de mélèze traité thermiquement

A la suite de cette analyse des résultats, quelques améliorations d'application de poudre semblent nécessaires à apporter :

- Il faut baisser un peu les paramètres de poudrage pour les MDF spécial poudre et M1 pour obtenir une épaisseur de finition un peu moins importante : baisser le débit d'air de 5 à 4 ou augmenter un peu le débit d'air/poudre de 0 à 1 (pour le procédé corona). L'application de poudre avec ces paramètres sur les panneaux de MDF de 25 mm et de 6mm pourra sans doute faire diminuer aussi l'épaisseur de feuillet finale.

- Les différences de poudrage entre des MDF de 19 mm, de 25 mm et de 6mm montrent bien, encore une fois, qu'une humidité et une densité de surface plus importante sont des facteurs favorisant un bon poudrage de finition. C'est ainsi que le MDF de 6mm fixe plus de poudre que les MDF de 19 et de 25 mm car sa densité est plus élevée (810 kg/m³ contre 730 kg/m³ pour le MDF 22 mm et 795 kg/m³ pour le MDF 19mm). Cependant, le MDF de 25 mm fixe mieux la poudre que le MDF de 19 mm car celui-ci a une humidité initiale bien inférieure (6,41 % contre 12,94 %).

- Les panneaux de MDF usinés présentent des difficultés à être poudrés de manière homogène. Sur les parties où la matière est présente en très faible quantité, la poudre n'est pas attirée et ne se fixe pas car l'humidité est presque nulle. Dans les autres parties, même si le profil de densité montre que la densité est plus importante, la poudre se fixe beaucoup mieux. Pour ces panneaux usinés, il est donc nécessaire de procéder à 3 opérations pour améliorer l'application de poudre :

- 1) Préchauffer les éprouvettes au four IR avant l'étape de poudrage,
- 2) Application d'une 2ème couche de poudre pour tenter de recouvrir les parties proéminentes,
- 3) Application préalable d'un primaire poudre/liquide pour rendre les parties proéminentes plus conductrices.

Plus les usinages présentent des parties proéminentes et obtues, qui sont peu riches en humidité, plus le poudrage s'effectue mal. Cette comparaison des différents modèles de MDF usinés appuie par ailleurs le fait que la densité des panneaux influence le rendement de poudrage.

- Pour l'OSB, les paramètres de poudrage utilisés pour le pistolet corona sont adéquats pour l'obtention d'une centaine de microns de finition. Nous pouvons noter que la densité plus importante du panneau fin de 8mm d'épaisseur (655 kg/m³ contre 610 kg/m³ pour l'OSB de 22 mm) compense son manque d'humidité par rapport au panneau épais (7,03 % contre 7,23 %).

- Il semble que certains substrats qui sont réputés poreux et non homogènes en surface comme le panneau de particules et le bois massif reçoivent moins, voire beaucoup moins, de poudre que les autres substrats qui ont des états de surface plus homogènes et qui sont plus denses. Cela est normal car nous savons que la conductivité d'un substrat est augmentée par un état de surface lisse, une densité de matériau importante (les panneaux de particules et d'épicéa sont plus épais que la majorité des autres panneaux). Cependant, le fait que ces substrats présentent malgré tout une épaisseur de finition équivalente à celle des autres substrats ne paraît pas logique puisque ça devrait être l'inverse.

- Les bois traités thermiquement sont des bois dont la porosité est encore augmentée par rapport au bois massif non traité, ce qui le rend moins dense (400 kg/m³). Le chauffage d'un bois élimine aussi l'humidité qu'il peut contenir, c'est ainsi que l'humidité du bois traité thermiquement au moment du poudrage était de 3,41%. Ces deux facteurs impliquent qu'un tel substrat est moins facilement poudrable qu'un autre. Cependant, il est peut-être possible d'améliorer sa conductivité en appliquant un

ANNEXES

primaire poudre avant la finition définitive dans le cas d'une peinture opaque, ou alors d'appliquer plusieurs couches de vernis, afin de boucher les pores au maximum.

Annexe L. EFFETS DES PARAMETRES DU SUBSTRAT SUR L'ÉPAISSEUR DE FINITION

Légende :

	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4	Niveau 5
Épaisseur (mm)	3 - 8	15,5 - 17,5	19	21 - 22	25 - 28
Densité (Kg/m³)	403 - 442	613 - 668	730 - 774	792 - 813	903
Humidité (%)	3,41	5,88 - 6,41	7,03 - 7,23	9,36	11,16 - 12,94
Usinage	Non				Oui
Etat de surface	Lisse		Rugueux		Poreux
Nature du substrat	MDF	P. particules	OSB	Épicéa	Mélèze chauffé

Effet des facteurs:

	Épaisseur de finition				
	Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3	Niveau 4	Niveau 5
Épaisseur du panneau	90,74	43,53	84,94	45,19	68,15
Densité du panneau	30,74	76,05	67,08	55,72	100,00
Humidité du panneau	8,15	57,17	76,05	53,33	94,07
Usinage	73,11				43,53
Etat de surface	63,88		76,05		30,74
Nature du substrat	63,88	62,96	82,59	53,33	8,15

Épaisseur de finition (µm)

Annexe M. INFLUENCE DU PONÇAGE ET PRECHAUFFAGE DU SUBSTRAT SUR LE POUDRAGE

Type de substrat	Substrat non poncé non préchauffé						Substrat poncé non préchauffé (P)					
	Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m ²)	Moyenne grammage (g/m ²)	Épaisseur (µm)	Moyenne épaisseur (µm)	Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m ²)	Moyenne grammage (g/m ²)	Épaisseur (µm)	Moyenne épaisseur (µm)
MDF Fibrilac	651,1	653,6	55,56	57,04	100	100,00	680,08	682,3	49,33	49,26	90	85,00
	647,1	649,6	55,56		100		650,87	652,79	42,67		85	
	678,4	681,1	60,00		100		665,07	667,58	55,78		80	
MDF M ₁	644,5	648,6	91,11	97,78	125	121,67	637,98	641,48	77,78	74,67	140	131,67
	639,4	643,8	97,78		105		631,37	634,7	74,00		125	
	646,2	650,9	104,44		135		636,38	639,63	72,22		130	
MDF spécial poudre	739,9	744	91,11	100,00	130	123,33	739,93	743,05	69,33	67,78	120	121,67
	746,1	750,8	104,44		120		737,99	741,18	70,89		130	
	745,2	749,9	104,44		120		733,29	736,13	63,11		115	
MDF 6 mm	220,8	225,3	100,00	98,52	120	121,67	221,77	224,74	66,00	64,37	100	103,33
	221,3	225,5	93,33		120		220,51	223,3	62,00		105	
	222,3	226,9	102,22		125		227,44	230,37	65,11		105	
OSB 22 mm	601,3	604,9	80,00	82,22	100	103,33	572,77	575,93	70,22	69,11	100	101,67
	575,4	579,2	84,44		105		597,57	600,57	66,67		105	
	600,7	604,4	82,22		105		587,19	590,36	70,44		100	
OSB 8 mm	248,4	252,3	86,67	82,96	100	108,33	260,16	263,24	68,44	72,81	110	108,33
	244,9	248,5	80,00		115		266,65	270,02	74,89		110	
	238,1	241,8	82,22		110		267,67	271,05	75,11		105	
Panneau de particules	494,2	497,1	64,44	62,96	100	100,00	485,52	486,86	29,78	34,44	100	96,67
	488,6	491,4	62,22		100		491,98	493,64	36,89		90	
	470,8	473,6	62,22		100		490,46	492,11	36,67		100	
Bois d'épicéa	427,8	430,1	51,11	53,33	140	146,67	437,68	439,82	47,56	42,22	130	133,33
	382	384,5	55,56		150		429,97	431,75	39,56		130	
	394,9	397,3	53,33		150		426,37	428,15	39,56		140	
Bois de mélèze chauffé	196,6	197	8,89	8,15	40	41,67	200,95	201,17	4,89	6,59	35	38,33
	195,8	196,1	6,67		45		192,68	193,05	8,22		40	
	194,4	194,8	8,89		40		171,71	172,01	6,67		40	

Substrat poncé + préchauffé (P+P)						OBSREVATIONS
Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m ²)	Moyenne grammage (g/m ²)	Epaisseur (µm)	Moyenne épaisseur (µm)	
679,1	680,98	41,78	54,22	110	110,00	La différence d'épaisseur n'est pas visible à l'œil nu
649,61	651,32	38,00		110		
665,05	668,78	82,89		110		
638,55	641,85	73,33	71,33	135	128,33	La différence d'épaisseur n'est pas visible à l'œil nu
631,6	634,85	72,22		120		
637,21	640,29	68,44		130		
740,79	743,53	60,89	68,81	130	126,67	Aspect plus lisse quand il n'y a pas de préchauffage
738,91	742,08	70,44		130		
733,8	737,18	75,11		120		
221,81	224,04	49,56	47,56	95	96,67	Moins de poudre mais aspect plus lisse quand il y a un ponçage
220,11	222,12	44,67		95		
227,85	230,03	48,44		100		
573,49	576,08	57,56	58,22	100	98,33	Pas vraiment de changement dans l'épaisseur de finition, ni dans l'aspect de surface
598,82	601,61	62,00		90		
587,51	589,99	55,11		105		
259,46	262,51	67,78	68,30	105	103,33	Epaisseur pareille, mais moins bon état de surface (moins de poudre dans les
267,16	270,25	68,67		100		
268,06	271,14	68,44		105		
485,43	487,1	37,11	37,93	90	96,67	Moins bon état de surface (moins lisse) quand il y a un préchauffage
492,21	493,96	38,89		100		
490,43	492,13	37,78		100		
438,18	440,29	46,89	44,52	150	160,00	Plus d'épaisseur quand il y a un préchauffage du bois (normal)
429,93	431,56	36,22		160		
426,37	428,64	50,44		170		
202,89	203,13	5,33	5,33	30	28,33	Poudrage encore plus difficile car ce substrat ne contient pas d'humidité
194,51	194,76	5,56		25		
196,64	196,87	5,11		30		

Type de substrat	Substrat non poncé, non préchauffé		Substrat poncé, non préchauffé (P)		Substrat poncé et préchauffé (P+P)	
	Moyenne grammage (g/m ²)	Moyenne épaisseur (µm)	Moyenne grammage (g/m ²)	Moyenne épaisseur (µm)	Moyenne grammage (g/m ²)	Moyenne épaisseur (µm)
MDF Fibralac 19mm	57,04	100	49,26	85	54,22	110
MDF M1 19mm	97,78	121,67	74,67	131,67	71,33	128,33
MDF spécial poudrage 19mm	100	123,33	67,78	121,67	68,81	126,67
MDF 6mm	98,52	121,67	64,37	103,33	47,56	96,67
OSB 22mm	82,22	103,33	69,11	101,67	58,22	98,33
OSB 8mm	82,96	108,33	72,81	108,33	68,3	103,33
Panneau de particules 28mm	62,96	100	34,44	96,67	37,93	96,67
Bois d'épicéa 21mm	53,33	146,67	42,22	133,33	44,52	160
Bois de mélèze traité thermiquement 19mm	8,15	41,67	6,69	38,33	5,33	28,33

Récapitulatif de l'influence du ponçage et du préchauffage du substrat sur le grammage de poudre et l'épaisseur de feuillet

Annexe N. METHODE DES SOLUTIONS SALINES SATUREES

Les éprouvettes peuvent retrouver une certaine humidité en les plaçant dans des atmosphères humides (resaturation partielle grâce à l'humidité de l'air, sorption) [Olchitzky E. *Couplage hydromécanique et perméabilité d'une argile gonflante non saturée sous sollicitations hydriques et thermiques- Courbe de sorption et perméabilité à l'eau. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Spécialité : mécanique (15 février 2002) 183 pages*].

Le principe général de cette méthode consiste à placer les éprouvettes dans une enceinte hermétique contenant une solution saline saturée. A l'intérieur de l'enceinte fabriquée maison (panneaux de MDF + laine de roche + couverture de survie), le taux d'humidité relative de l'air, HR, est fixé par la solution saline saturée. L'échantillon est en contact, uniquement avec l'air humide, et pas la solution saline. La pression capillaire, donc la quantité d'eau entrant dans les éprouvettes (qui sont

ANNEXES

poreuses) est imposée au niveau de ses surfaces par l'intermédiaire du taux d'humidité relative de l'air HR.

($P_{vs} : HR = PV/P_{vs}(T)$, avec P_v : pression de la vapeur d'eau en équilibre avec la solution saline et P_{vs} : pression de la vapeur saturante).

La valeur de HR dépend donc à la fois de la solution employée (sel et concentration) et de la température. Pour un sel donné, tant que la solution saline reste saturée et la température constante, le taux d'humidité relative est lui aussi constant.

Les sels à utiliser pour la préparation de solutions selon la HR souhaitée est disponible dans le tableau ci-dessous :

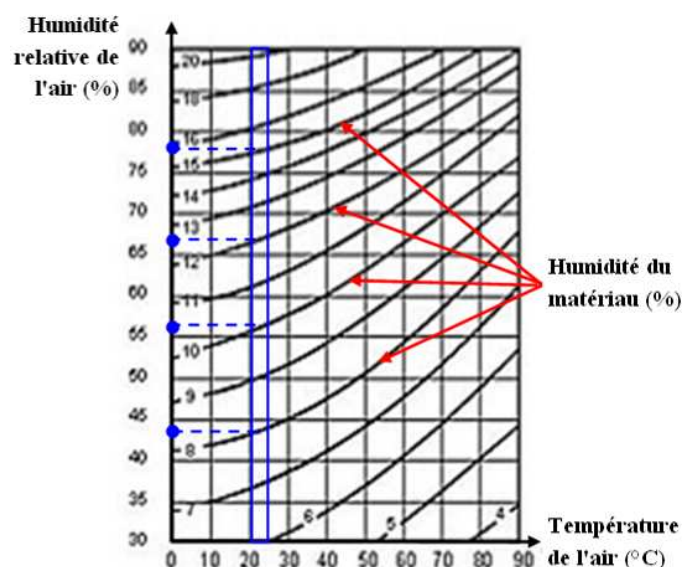
Température (°C)	LiCl, H ₂ O	MgCl ₂ , 6H ₂ O	Mg(NO ₃) ₂ , 6H ₂ O	NaCl	(NH ₄) ₂ SO ₄	KNO ₃	K ₂ SO ₄
0	14,7	35	60,6	74,9	83,7	97,6	99,1
5	14	36,4	59,2	75,1	82,6	96,6	98,4
10	13,3	34,2	57,8	75,2	81,7	95,5	97,9
15	12,8	33,9	56,3	75,3	81,1	94,4	97,5
20	12,4	33,6	54,9	75,5	80,6	93,2	97,2
25	12	33,2	53,4	75,8	80,3	92	96,9
30	11,8	32,8	52	75,6	80	90,7	96,6
35	11,7	32,5	50,6	75,5	79,8	89,3	96,4
40	11,6	32,1	49,2	75,4	79,6	87,9	96,2
45	11,5	31,8	47,7	75,1	79,3	86,5	96
50	11,4	31,4	46,3	74,7	79,1	85	95,8

Humidité relative de l'air au-dessus des solutions salines saturées de sels (%) [OIML R 92, Edition 1989 (F). (Organisation Internationale de Métrologie Légale). Recommandation Internationale. Humidimètres pour le bois - Méthodes et moyens de vérification: exigences générales, 10 pages]

⇒ Application à notre étude :

Pour nos essais, la température à l'intérieur du réfrigérateur est la température ambiante de l'atelier de poudrage, c'est-à-dire aux alentours de 20-25°C (cette différence n'a que très peu d'influence sur l'humidité relative d'après les tables). Cette température est contrôlée par un thermomètre (sonde thermique ou thermocouple).

Pour choisir les sels à utiliser, nous sommes partis des humidités d'équilibre des éprouvettes que nous souhaitons obtenir et nous avons regardé les humidités relatives à obtenir grâce au diagramme de l'équilibre hygroscopique du bois: Cependant, cela reste approximatif car les matériaux dérivés du bois ne se comportent pas tout à fait de la même façon que le bois massif.



Equilibre hygroscopique du bois [Site web CNDB: http://www.cndb.org/infotheque/anatomie/bois_et_eau.php]

Puisque nous souhaitons étudier des humidités de 8, 10, 12 et 15%, la lecture du diagramme nous permet de déterminer les humidités relatives. Voici un tableau avec l'association de l'humidité d'équilibre du bois en fonction de l'humidité relative de l'air à 20°C.

ANNEXES

T(°C)	H _{bois} (%)	HR%
20	8	42,5
20	10	56
20	12	66,5
20	15	77,5

Les humidités relatives vers lesquelles il faut se rapprocher pour les essais

Une fois les humidités relatives déterminées, il faut déterminer la nature des sels à utiliser. Voici un récapitulatif des sels mis en œuvres pour chaque humidité relative à instaurer dans le réfrigérateur :

T enceinte (°C)	HR enceinte (%)	Solution saline	H _{bois} (% approximatif)
20	43,2±0,3	K ₂ CO ₃	8,2
20	54,9	Mg(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O	9,9
20	59,1±0,4	NaBr	10,8
20	69,9±0,3	IK	12,8
20	75,5±0,1	NaCl	14,5

Détermination des solutions salines à créer selon l'humidité du bois à étudier

⇒ Détermination de la quantité de solution à créer :

La masse de solution à créer dépend du volume d'air compris dans le réfrigérateur. En effet, à une température donnée, l'humidité relative d'air est représentée par une certaine masse d'eau par kilogramme d'air sec.

Nous pouvons déterminer la teneur en humidité qu'il faut est nécessaire d'apporter à l'air en fonction du diagramme de l'air humide:

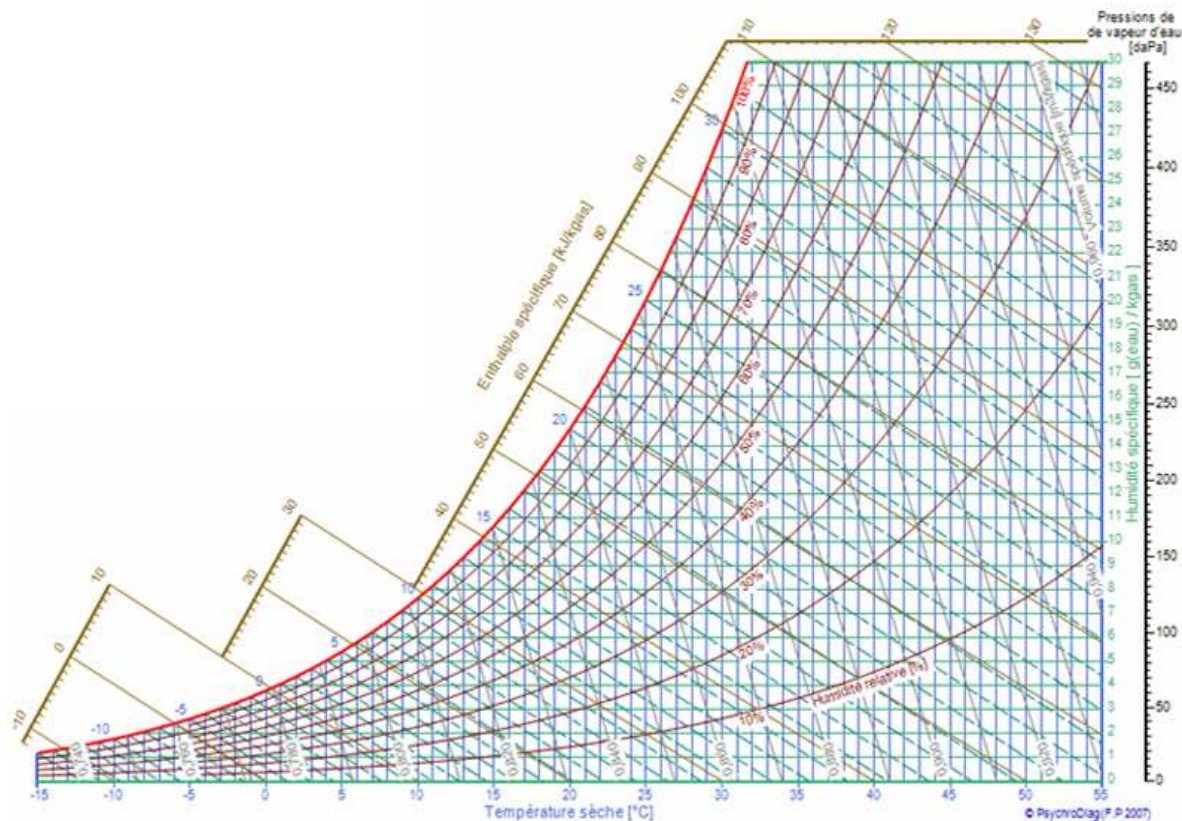


Diagramme de l'air humide [<http://www.dimclim.fr>]

La quantité d'eau dans la solution saline saturée doit être au moins équivalente à celle qui doit être dans l'air sec pour que l'équilibre hygroscopique s'établisse. On peut alors savoir quelle masse de solution fabriquer en fonction du volume d'air dans le frigo en utilisant la formule de gaz parfaits (on considère que l'air est un gaz parfait) : $n = PV/(RT)$, soit $m_{\text{air}} = PVM/(RT)$, avec n : quantité de matière (mol), m_{air} : masse d'air dans le réfrigérateur (g), M : masse molaire de l'air ($28,8 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$), R : constante

ANNEXES

des gaz parfaits ($8,31 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{kg}^{-1}$), T : température dans le réfrigérateur (20°C , soit $293,15 \text{ K}$), P : pression atmosphérique (10^5 Pa) et V : volume d'air dans l'enceinte ($0,745 \text{ m}^3$).

On obtient $m_{\text{air}} = 831,33 \text{ g}$ soit $0,831 \text{ kg}$.

D'après la lecture du diagramme de l'air humide, nous obtenons le tableau suivant :

T enceinte (°C)	HR enceinte (%)	Solution saline	Humidité dans l'air (g d'eau/Kg d'air)	Masse d'air (Kg)	Masse d'eau pour équilibre hygroscopique (g)
20	43,2+0,3	K ₂ CO ₃	5,3	0,831	4,404
20	54,9	Mg(NO ₃) ₂	6,5	0,831	5,402
20	59,1+0,4	NaBr	6,9	0,831	5,734
20	69,9+0,3	IK	8,0	0,831	6,648
20	75,5+0,1	NaCl	8,5	0,831	7,064

Détermination de la masse d'eau minimale dans les solutions salines

⇒ Détermination de la solubilité des sels :

La solubilité des sels est la quantité maximale de sel que l'on peut dissoudre dans le solvant (en l'occurrence l'eau). Elle s'exprime en g/L et dépend de la température de la solution.

Lorsque la quantité de soluté introduite dépasse la valeur de la solubilité, la solution est saturée.

Voici les solubilités propres à chaque sel dans de l'eau à 20°C :

Sel	Solubilité à 20°C dans l'eau
K ₂ CO ₃	1120 g/L
Mg(NO ₃) ₂ , 6H ₂ O	1250 g/L
NaBr	733 g/L
IK	1400 g/L
NaCl	359 g/L

Les solubilités des sels mis en œuvre dans les solutions saturées

Réalisation des solutions salines saturées :

Pour être sûr que le montage soit bien à la bonne humidité, on crée 100 g (100 ml) de solution saline saturée (en cas de fuite des joints du réfrigérateur par exemple). Voici un récapitulatif des masses mises en œuvre dans ce protocole :

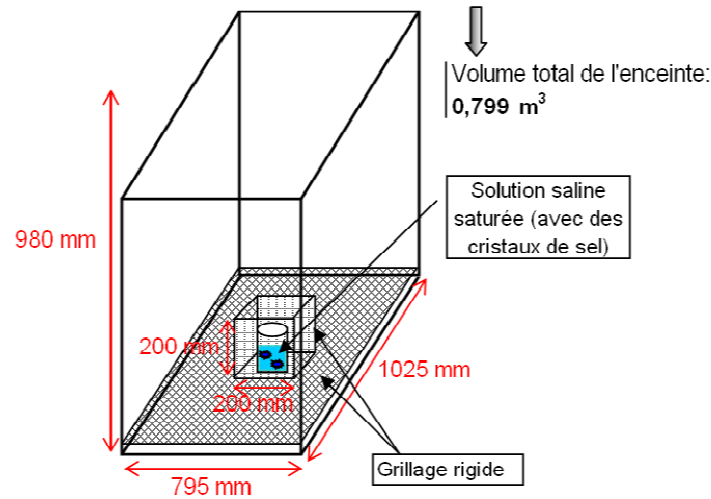
Sel	Solubilité à 20°C dans l'eau (g/L)	Masse de sel pour équilibre hygroscopique (g)	Masse de sel pour 100 mL de solution (g)
K ₂ CO ₃	1120	4,933	112
Mg(NO ₃) ₂ , 6H ₂ O	1250	6,752	125
NaBr	733	4,203	73,3
IK	1400	9,307	140
NaCl	359	2,536	35,9

Récapitulatif des masses de sels mises en œuvre pour la réalisation des différentes solutions salines saturées

⇒ Dispositif expérimental :

Pour notre étude, les éprouvettes reposent sur les grilles de l'enceinte afin d'optimiser les surfaces d'échange avec l'air environnant et elles sont conditionnées dedans pendant 15 jours avant d'être soumises aux essais.

Dimensions internes de l'enceinte :



Dispositif expérimental

Un humidimètre et un thermomètre sont mis en place dans le réfrigérateur pour contrôler les conditions hygrométriques de cette enceinte. La masse des éprouvettes sera également mesurée à intervalles réguliers pour savoir si au bout de deux semaines l'humidité des éprouvettes est bien équilibrée.

Annexe O. INFLUENCE DES COMPOSES PHENOLIQUES SUR LE TAUX DE RETICULATION

Les tableaux sont issus des spectres FTIR des différents échantillons (poudres grattées en surface des différents placages).

Intégration 100LB:

	aire 910 cm ⁻¹	aire 1730 cm ⁻¹	TC (%)
poudre seule	1,43	10,204	0
olivier tropical	1,03	4,262	72,4480119
hêtre	1,297	5,603	65,1785944
bouleau	0,725	3,077	68,1298877
chêne	1,349	6,499	48,1152668

Intégration 640UV:

	aire 1643 cm ⁻¹	aire 3340 cm ⁻¹	TC (%)
poudre seule	2,531	62,849	0
olivier tropical	0,97	17,311	39,1412193
hêtre	1,716	23,146	84,0973604
bouleau	1,478	20,412	79,8022414
chêne	2,041	38,737	30,8347919

Annexe P. PREMIERS ESSAIS SUR LES PARAMETRES DU SUBSTRAT

Matrice d'expérience:

N° essai (ordre réel)	N° usinage	Humidité (%)	Epaisseur de l'éprouvette (mm)	Largeur défonçage (mm)	Profondeur défonçage (par rapport à l'épaisseur)	Ponçage
1	1	13	9/10	8	1/4 soit 2,5 mm	P80
2	5	13	15/16	12	1/2 soit 8 mm	P120
3	9	13	18/19	18	3/4 soit 14,25 mm	P150
4	17	13	21/22	36	1 soit 22 mm	P180
5	13	13	25	36	1 soit 25 mm	P180
6	2	6	9/10	12	3/4 soit 7,5 mm	P180
7	6	6	15/16	8	1 soit 16 mm	P150
8	10	6	18/19	36	1/4 soit 4,75 mm	P120
9	18	6	21/22	18	1/2 soit 11 mm	P80
10	14	6	25	18	1/2 soit 12,5 mm	P80
11	3	11	9/10	18	1 soit 10 mm	P120
12	7	11	15/16	36	3/4 soit 12 mm	P80
13	11	11	18/19	8	1/2 soit 9,5 mm	P180
14	19	11	21/22	12	1/4 soit 5,5 mm	P150
15	15	11	25	12	1/4 soit 6,25 mm	P150
16	4	9	9/10	36	1/2 soit 5 mm	P150
17	8	9	15/16	18	1/4 soit 4 mm	P180
18	12	9	18/19	12	1 soit 19 mm	P80
19	20	9	21/22	8	3/4 soit 16,5 mm	P120
20	16	9	25	8	3/4 soit 18,75 mm	P120

Résumé grammage de poudre 1(g/m²):

n° essai	MDFe	MDFm	M1	PP	OSB	CP Peuplier	CP Okoumé	CP Bouleau	CP Hêtre	
1	138,11	141,90			132,93	130,74	133,92	123,57	105,36	HR=73%, T=12°C soit 14% d'humidité
2	120,37	136,57		143,78	130,49	141,09	116,28	134,63	112,92	
3	108,31	139,08	123,82	128,91	133,99	139,59	118,99	147,72		
4				121,65	147,23	143,22	134,19	136,69		
5	104,94	147,16								
6	102,35	111,87			133,80	135,73	135,51	140,95	129,68	HR=28%, T=25°C soit 6% d'humidité
7	80,76	94,39		111,37	112,40	127,91	113,44	127,91	100,52	
8	72,72	103,74	78,82	111,37	112,38	128,91	129,67	119,25		
9				85,53	117,88	111,61	131,18	123,15		
10	71,60	78,27								
11	139,49	123,04			147,44	140,55	134,71	137,89	130,47	HR=60%, T=17°C soit 11% d'humidité
12	103,65	91,05		120,11	100,78	112,92	104,65	118,60	101,03	
13	102,72	128,40	89,24	130,94	144,16	122,55	120,52	145,18		
14				98,32	107,35	102,08	114,62	115,12		
15	109,14	97,53								
16	130,73	127,02			147,97	142,40	149,56	153,54	143,46	HR=50%, T=23°C soit 9% d'humidité
17	114,20	92,59		130,92	137,21	113,70	108,79	145,99	139,53	
18	87,47	93,31	72,97	102,97	106,28	116,70	92,55	113,91		
19				97,32	102,33	107,35	111,86	106,85		
20	84,69	86,42								

NB : Les humidités des matériaux déterminées avec les humidités relatives de l'air et la température ne sont pas tout à fait exactes du fait que ce soit le diagramme de l'équilibre hygroscopique du bois massif qui a été utilisé. Il s'agit donc là d'une approximation.

ANNEXES

Résumé grammage de poudre 2(g/m²):

n° essai	MDFe	MDFm	M1	PP	OSB	CP Peuplier	CP Okoumé	CP Bouleau	CP Hêtre	
1	139,50	135,90			137,69	132,71	125,43	116,15	109,55	HR=73%, T=12°C soit 14% d'humidité
2	128,54	135,06		144,56	126,27	142,96	125,17	137,54	116,80	
3	105,59	146,06	128,85	127,24	139,30	139,79	124,29	149,93		
4				128,65	70,42	139,84	129,03	132,49		
5	108,41	141,40								
6	101,86	107,26			132,23	132,69	133,12	145,20	120,64	HR=28%, T=25°C soit 6% d'humidité
7	78,68	87,53		109,12	119,85	122,94	102,93	124,77	98,45	
8	68,17	97,86	63,79	118,68	116,29	117,33	127,81	109,86		
9				98,82	106,12	108,84	121,09	130,81		
10	65,71	0,00								
11	152,30	133,60			146,81	146,54	143,38	147,06	128,88	HR=60%, T=17°C soit 11% d'humidité
12	95,49	92,10		114,07	101,09	111,30	108,17	120,78	102,07	
13	97,83	126,09	82,79	125,65	139,20	126,06	123,78	147,00		
14				106,34	110,20	103,49	111,38	114,55		
15	107,30	91,68								
16	126,17	127,45			143,54	136,54	142,14	153,34	138,94	HR=50%, T=23°C soit 9% d'humidité
17	106,08	97,11		135,36	137,62	114,44	113,41	141,72	144,51	
18	83,85	84,48	67,72	105,01	110,06	107,06	92,75	113,01		
19				106,62	108,61	112,34	115,40	111,21		
20	89,31	87,97								

Résumé grammage de poudre 3 (g/m²):

n° essai	MDFe	MDFm	M1	PP	OSB	CP Peuplier	CP Okoumé	CP Bouleau	CP Hêtre	
1	142,82	137,73			132,11	126,67	127,82	118,01	112,51	HR=73%, T=12°C soit 14% d'humidité
2	124,19	133,38		140,82	150,20	149,12	118,88	139,10	116,54	
3	103,51	143,51	129,05	132,00	136,16	135,56	125,42	145,43		
4				128,85	132,75	146,97	128,44	133,20		
5	106,29	140,65								
6	104,10	105,14			128,16	131,75	139,49	140,97	124,88	HR=28%, T=25°C soit 6% d'humidité
7	82,56	89,98		110,24	116,43	121,63	117,31	124,23	96,38	
8	65,31	75,17	66,16	103,38	96,68	122,49	128,32	107,28		
9				95,89	101,04	101,15	123,73	133,21		
10	66,41	73,18								
11	144,80	123,43			133,94	150,05	138,56	142,93	125,17	HR=60%, T=17°C soit 11% d'humidité
12	91,08	109,46		120,20	106,93	111,08	104,34	121,76	100,78	
13	100,44	120,02	83,87	126,16	142,30	126,06	124,64	143,94		
14				104,69	112,44	105,28	119,43	118,50		
15	108,31	94,89								
16	128,71	129,50			153,05	140,31	141,87	145,32	147,86	HR=50%, T=23°C soit 9% d'humidité
17	109,48	104,55		131,96	133,62	116,21	111,04	149,56	138,62	
18	80,84	85,49	71,26	106,59	111,65	111,73	101,19	114,00		
19				103,55	110,62	116,67	111,94	107,33		
20	87,92	86,63								

Aspect de surface des finitions:

Essai	MDF e														
	Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	4,5	4,5	4,5	3,5	3	3,5	4	4	4	4,5	5	4,5	2	2	2
2	5	5	5	3,5	3,5	3,5	3	3,5	3	5	5	5	4	4	4
3	5	4,5	5	4,5	4,5	4,5	2,5	2,5	2,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
4															
5	4,5	4,5	4,5	3	3	3	3,5	3,5	3,5	5	5	5	5	4,5	5
6	4	4	4	2,5	3	2,5	1	1	1	5	5	5	4,5	4	4,5
7	5	5	5	4	4	4	3,5	4	3,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
8	2	3	2,5	1	1,5	1	2,5	3	2,5	5	5	5	3	3	3
9															
10	2	2,5	2	2	1,5	2	2	1,5	2	5	5	5	3,5	3,5	3,5
11	5	4	4,5	3	3	3	4	4	4	4	5	4,5	3,5	4	3,5
12	5	5	5	2	3	2	2	2	2	5	5	5	3	3	3
13	4	2	3	2	2	2	1	1	1	5	5	5	3,5	2	3
14															
15	5	5	5	3	3	3	4	3,5	3,5	5	5	5	3,5	3,5	3,5
16	4	4	4	3,5	3	3,5	3,5	3,5	3,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
17	3	4	3,5	1	1,5	1	2,5	2,5	2,5	5	5	5	4	4,5	4
18	3	2,5	3	2	2	2	3,5	3,5	3,5	5	5	5	3,5	4	3,5
19															
20	3	3	3	2	3	2,5	1,5	1,5	1,5	5	5	5	3,5	3,5	3,5

ANNEXES

MDF m														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
5	5	5	5	5	5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	1,5	2	2
5	5	5	5	4,5	5	3,5	4	4	5	5	5	4	5	4,5
4,5	4,5	4,5	3,5	3	3	2,5	2	2	5	5	5	3,5	4,5	4
5	5	5	4	4	4	4	4	4	5	5	5	4,5	5	5
4,5	4,5	4,5	3	4	3,5	1	1	1	5	5	5	4	4	4
4,5	3,5	4	2,5	2	2	1,5	2	1,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
4,5	5	4,5	3	3,5	3	3,5	4	4	5	5	5	3,5	4	3,5
3	3,5	3	1	2	1,5	2	2	2	5	5	5	4	4	4
5	5	5	4	3,5	4	4	4,5	4	5	4	4,5	3,5	3,5	3,5
5	5	5	4	4	4	3	3	3	5	5	5	3	3	3
5	5	5	3	3	3	2	2	2	5	5	5	4	5	4,5
5	5	5	3,5	3	3,5	4,5	4,5	4,5	5	5	5	4	4	4
5	5	5	4	4	4	4	3,5	4	5	5	5	4,5	4,5	4,5
5	5	5	3	4	3,5	3	4	3,5	5	5	5	4,5	4	4
5	5	5	3	3	3	4,5	3,5	4	5	5	5	3	3	3
5	5	5	3,5	3	3	2	2	2	5	5	5	4,5	4,5	4,5

MDF M1														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
4,5	5	4,5	5	5	5	2,5	3	2,5	5	5	5	3,5	3	3
3,5	4	3,5	3	3	3	3	3	3	5	5	5	4,5	4,5	4,5
4,5	5	4,5	3	3	3	1	1	1	5	5	5	3	3	3
4,5	4	4	4	4	4	4	3	3,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5

Panneau de Particules														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	moyenne	1	2	3	1	2	3
5	5	5	4,5	4,5	4,5	3,5	4	4	5	5	5	4	4	4
5	4,5	4,5	4	4	4	3,5	3,5	3,5	4	4	4	5	5	5
4,5	4,5	4,5	4	4	4	4	4,5	4	5	5	5	4,5	4,5	4,5
4	4	4	3,5	3	3	2	3	2,5	5	5	5	4,5	4	4
5	4	4,5	4,5	3,5	4	4	3,5	4	5	5	5	3,5	4	4
5	5	5	4,5	5	5	3	3,5	3,5	5	5	5	4	4,5	4,5
5	5	5	5	5	5	3,5	4	4	4	5	4,5	4	3	3,5
5	5	5	4	4	4	4	4,5	4	5	5	5	4	3	3,5
5	5	5	5	4,5	5	5	4,5	5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
5	4,5	4,5	3,5	3	3,5	4	4	4	5	5	5	4,5	4,5	4,5
5	4,5	5	4	4	4	4,5	4,5	4,5	5	5	5	3,5	3,5	3,5
5	5	5	4	4,5	4,5	1,5	1,5	1,5	5	5	5	4	3,5	4

ANNEXES

OSB														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
4,5	4,5	4,5	5	5	5	5	5	5	3,5	3,5	3,5	3	4	3,5
3,5	4	3,5	4	4	4	3,5	4	4	3,5	4	3,5	4,5	4	4
3,5	4	3,5	4	4,5	4	3	3,5	3,5	3,5	4	3,5	3	3,5	3,5
2,5	3	3	3	4	3,5	4	4	4	5	4,5	4,5	4	4	4
4	4	4	3,5	3,5	3,5	3	2,5	3	3	3	3	4	3	3,5
4	4	4	3,5	4	4	3	4	3,5	2,5	3	3	4	4,5	4
4	4	4	4	3,5	3,5	4,5	5	4,5	5	5	5	4,5	4	4
3,5	4	4	3,5	3	3	3,5	3	3	5	4	4,5	4,5	4	4
4,5	3,5	4	5	5	5	5	5	5	2	3	2,5	4	4	4
4	4	4	4,5	4	4	3	3	3	4	3	3,5	4	4	4
3,5	4	4	4,5	4	4,5	4	4	4	4	4	4	4	4	4
4	4	4	4,5	4	4,5	4,5	4,5	4,5	3	3,5	3	4,5	4,5	4,5
4	3,5	3,5	4	4	4	3,5	4	3,5	2	1	1,5	4	4	4
3	3	3	3	3,5	3,5	3,5	4	4	3	5	4	4,5	4,5	4,5
3,5	3,5	3,5	4	4	4	4	4,5	4	3,5	4	4	4	4	4
3	3,5	3	4	4	4	2	2,5	2,5	4	3,5	4	4	4	4

Essai	CP Peuplier														
	Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	5	5	5	5	5	5	5	5	5	3	2,5	3	4,5	4	4
2	5	5	5	4,5	5	5	3,5	4	5	5	4	4,5	4,5	4,5	4,5
3	5	5	5	5	5	5	3	2	2,5	3	3	3	4	4,5	4,5
4	5	5	5	5	5	5	4,5	4,5	4,5	4,5	5	4,5	5	4,5	5
5															
6	5	4,5	5	5	5	5	2,5	2	2	4	3	3,5	4	4	4
7	5	5	5	4,5	5	5	3,5	3,5	3,5	4,5	5	5	4	4	4
8	5	5	5	5	5	5	5	4,5	4,5	4	3	3,5	4	4	4
9	5	5	5	5	5	5	4	3,5	4	5	4	4,5	4	4	4
10															
11	5	5	5	5	5	5	5	5	5	1	1	1	4	4	4
12	5	5	5	5	5	5	2	2	2	4	4	4	4	3,5	4
13	5	5	5	5	5	5	3	2	2,5	2,5	3	3	4	3	3,5
14	5	5	5	5	5	5	5	4,5	5	5	5	5	4	4	4
15															
16	5	5	5	5	4,5	5	4,5	4	4	2	3	2,5	4,5	4,5	4,5
17	5	5	5	3,5	4	4	4,5	5	4,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
18	5	5	5	4	5	4,5	5	5	5	5	4	4,5	4	4,5	4
19	5	5	5	5	5	5	2	1,5	2	5	4	4,5	3,5	4	3,5
20															

CP Okoumé														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
5	5	5	5	5	5	5	5	5	2,5	2	2	4	4,5	4
5	5	5	4,5	5	5	4	4,5	4	2	1,5	2	3,5	3,5	3,5
4	4,5	4	5	5	5	1,5	1,5	1,5	2	1,5	1,5	1,5	2,5	2
4,5	4,5	4,5	5	5	5	4	4	4	1,5	2	2	3,5	4	4
4,5	4,5	4,5	4	4,5	4	3,5	3,5	3,5	3	2,5	3	3	3	3
5	5	5	4,5	5	4,5	3	3	3	4,5	4,5	4,5	3	2,5	3
5	5	5	4,5	4,5	4,5	3	2,5	2	4,5	4,5	4,5	2	1,5	1,5
5	5	5	4	4,5	4	3,5	4	3,5	3,5	3,5	3,5	3	3	3
5	5	5	5	5	5	3,5	3,5	3,5	4,5	4	4	1	1	1
5	5	5	5	5	5	4	4	4	3,5	4	3,5	4	2	3
5	5	5	4	5	4,5	3	4	3,5	3,5	3,5	3,5	1	1	1
5	5	5	5	4,5	5	3	3	3	4,5	4	4,5	1	1,5	1,5
5	5	5	4,5	4,5	4,5	3,5	3,5	3,5	4	4,5	4,5	2	1	1,5
5	5	5	4	4	4	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	2	2	2
5	5	5	4	4	4	3	3	3	4	3,5	4	2	3	2,5
5	5	5	5	5	5	4	4	4	2,5	1,5	2	3,5	3	3,5

ANNEXES

CP Bouleau														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
5	5	5	5	5	5	4,5	5	5	4	4	4	3,5	3,5	3,5
5	5	5	5	5	5	4,5	3,5	4	4	4,5	4	4,5	5	4,5
5	5	5	5	5	5	3	3	3	4	5	4,5	3,5	4	4
4,5	5	4,5	4,5	5	4,5	4	4	4	5	5	5	4	4,5	4
5	5	5	4,5	5	5	4,5	4,5	4,5	4	4,5	4	4	4	4
5	5	5	5	4,5	5	5	4,5	4,5	4	4	4	5	4,5	4,5
5	5	5	5	5	5	5	4,5	5	4,5	4	4,5	3,5	4,5	4
5	5	5	5	5	5	3,5	3	3,5	4,5	5	5	3,5	4	4
5	5	5	5	5	5	5	5	5	4,5	4	4	4,5	4,5	4,5
5	5	5	4,5	5	4,5	3	3	3	5	4	4,5	3	2	2,5
5	5	5	5	5	5	3	3	3	3,5	4	3,5	4	4	4
5	5	5	5	5	5	4,5	4,5	4,5	5	5	5	4,5	4,5	4,5
5	5	5	4,5	5	4,5	4,5	4,5	4,5	2	3	2,5	4	4,5	4,5
5	5	5	5	4,5	5	4,5	5	4,5	2	2,5	2,5	4,5	4,5	4,5
5	5	5	5	5	5	4,5	5	4,5	5	5	5	4	3	3,5
5	5	5	5	5	5	3,5	2,5	3	3	4	3,5	3,5	3,5	3,5

CP Hêtre														
Y2: Homogénéité du revêtement			Y3: Recouvrement des arêtes			Y4: Recouvrement intérieur usinage			Y5: Cloquage			Y6: Rugosité		
1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
5	5	5	5	5	5	5	5	5	3,5	3,5	3,5	4	4,5	4
5	5	5	5	5	5	4,5	4,5	4,5	5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
5	4,5	5	5	4	4,5	2	1	1,5	3	4	3,5	4,5	4	4
5	5	5	5	5	5	5	4	4,5	4,5	5	4	4,5	4,5	4,5
5	5	5	5	5	5	5	5	5	3	3	3	3	3,5	3
5	5	5	4,5	4,5	4,5	3	3	3	1	2	1,5	2	2	2
5	5	5	4,5	5	4,5	3	3,5	3	3	3	3	3,5	4	4
5	5	5	4	4,5	4	5	4,5	5	4	4	4	4	4,5	4

ANNEXES

CP Bouleau												CP Hêtre											
Y7: Epaisseur				Y8: Adhérence				Y9: Acétone				Y7: Epaisseur				Y8: Adhérence				Y9: Acétone			
1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne
110	130	130	123,33	1,0	1,0	1,0	1,00	2,5	2,5	2,0	2,33	110	120	130	120,00	1,0	2,0	1,0	1,33	3,0	2,5	3,0	2,83
150	110	130	130,00	2,0	2,0	2,0	2,00	3,0	3,0	3,0	3,00	140	150	140	143,33	2,0	1,0	2,0	1,67	4,0	4,0	4,0	4,00
110	120	110	113,33	2,0	2,0	2,0	2,00	1,5	1,5	2,0	1,67												
140	130	140	136,67	3,0	2,0	2,0	2,33	3,0	2,5	3,0	2,83												
150	140	140	143,33	1,0	1,0	1,0	1,00	4,0	3,0	3,0	3,33	130	130	120	126,67	1,0	0,0	1,0	0,67	4,0	4,0	3,0	3,67
130	150	150	143,33	1,0	2,0	2,0	1,67	3,0	3,0	3,0	3,00	120	130	130	126,67	1,0	1,0	1,0	1,00	4,0	3,0	3,0	3,33
150	150	160	153,33	1,5	1,0	1,0	1,17	3,0	3,0	2,0	2,67												
120	125	130	125,00	1,5	1,5	1,5	1,50	3,0	3,0	3,0	3,00												
125	105	120	116,67	1,0	1,5	1,0	1,17	3,0	3,0	2,5	2,83	100	115	110	108,33	1,0	1,0	1,0	1,00	4,0	4,5	4,5	4,33
130	135	130	131,67	2,0	2,5	2,0	2,17	2,0	3,0	3,0	2,67	150	140	150	146,67	0,5	1,0	1,0	0,83	4,0	4,0	4,0	4,00
110	100	95	101,67	1,0	1,0	1,0	1,00	2,5	2,5	2,5	2,50												
135	125	120	126,67	2,5	2,5	2,5	2,50	2,0	2,0	2,5	2,17												
125	135	125	128,33	1,0	1,0	1,0	1,00	2,0	2,0	2,0	2,00	120	130	130	126,67	1,0	1,0	1,0	1,00	3,5	3,5	4,0	3,67
130	120	150	133,33	2,0	2,0	2,0	2,00	3,0	3,0	3,0	3,00	90	110	110	103,33	2,0	1,5	2,0	1,83	3,0	3,5	3,0	3,17
135	120	120	125,00	0,5	1,0	0,5	0,67	2,0	2,0	2,5	2,17												
165	170	175	170,00	2,0	1,0	1,5	1,50	2,5	3,0	2,5	2,67												

OSB											
Y7: Epaisseur				Y8: Adhérence				Y9: Acétone			
1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne	1	2	3	moyenne
80	80	100	86,67	2,0	2,0	2,0	2,00	3,5	3,5	3,5	3,50
100	100	90	96,67	2,0	2,0	2,0	2,00	3,0	3,0	3,0	3,00
150	160	150	153,33	2,0	2,0	2,0	2,00	2,5	2,5	2,5	2,50
100	100	80	93,33	2,0	2,0	2,0	2,00	4,0	4,0	4,0	4,00
110	120	120	116,67	3,5	2,0	3,0	2,83	3,0	3,0	3,0	3,00
170	150	160	160,00	2,5	3,0	3,0	2,83	4,0	4,0	3,0	3,67
130	120	140	130,00	2,5	3,0	3,0	2,83	5,0	5,0	4,0	4,67
130	125	130	128,33	3,5	3,5	3,5	3,50	2,0	3,0	3,0	2,67
120	130	130	126,67	2,0	3,0	2,5	2,50	3,5	3,5	3,5	3,50
130	150	130	136,67	5,0	4,0	4,5	4,50	3,5	3,0	4,0	3,50
95	100	100	98,33	3,0	3,0	3,0	3,00	3,0	2,5	2,5	2,67
110	95	105	103,33	3,5	3,5	3,5	3,50	3,5	3,5	3,0	3,33
100	100	110	103,33	1,5	1,5	2,0	1,67	3,0	3,5	3,0	3,17
130	130	135	131,67	0,0	2,0	1,0	1,00	3,0	3,0	3,0	3,00
80	95	105	93,33	3,5	3,0	3,0	3,17	2,0	1,0	1,5	1,50
110	110	120	113,33	2,0	3,0	2,0	2,33	2,5	2,5	2,5	2,50

Annexe Q. VERIFICATION DES PARAMETRES DU SUBSTRAT SUR LA QUALITE DE FINITION

Matrices d'expérience:

$X2 = L1 = 9-10 \text{ mm}$

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	L1= 6%	L1= 10 mm	L4= 36 mm	L4= 10 mm	L3= P150	25
MDF médiland	L1= 6%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 4 mm	L3= P150	8
OSB	L1= 6%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 5,5 mm	L1= P80	13
CP bouleau	L3= 11%	L1= 9 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm	L1= P80	10
CP peuplier	L4= 13%	L1= 10 mm	L2= 12 mm	L1= 5,5 mm	L3= P150	13
CP okoumé	L2= 9%	L1= 10 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm	L3= P150	3
CP hêtre	L3= 11%	L1= 9 mm	L3= 18 mm	L4= 9 mm	L2= P120	20

ANNEXES

X2=L2=15-16 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	L1= 6%	L2= 16 mm	L2= 12 mm	L1= 3 mm	L3= P150	6
MDF médiland	L2= 9%	L2= 16 mm	L2= 12 mm	L1= 4 mm	L4= P180	9
Panneau de particules	L1= 6%	L2= 16 mm	L3= 18 mm	L2= 8 mm	L1= P80	19
OSB	L2= 9%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm	L1= P80	7
CP bouleau	L3= 13%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm	L1= P80	7
CP peuplier	L4= 9%	L2= 15 mm	L2= 12 mm	L1= 3,75 mm	L3= P150	7
CP okoumé	L3= 11%	L2= 15 mm	L1= 8 mm	L2= 7,5 mm	L3= P150	2
CP hêtre	L3= 11%	L2= 15 mm	L3= 18 mm	L4= 15 mm	L2= P120	23

X2=L3=18-19 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	L3= 11%	L3= 19 mm	L2= 12 mm	L3= 14,25	L3= P150	15
MDF médiland	L2= 9%	L3= 19 mm	L2= 12 mm	L1= 4,75 mm	L3= P150	12
MDF M1	L3= 11%	L3= 18 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm	L4= P180	4
Panneau de particules	L1= 6%	L3= 19 mm	L3= 18 mm	L2= 9,5 mm	L1= P80	21
OSB	L3= 11%	L3= 18 mm	L4= 36 mm	L1= 4,5 mm	L1= P80	24
CP bouleau	L3= 13%	L3= 18 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm	L1= P80	11
CP peuplier	L4= 9%	L3= 18 mm	L2= 12 mm	L1= 4,5 mm	L3= P150	11
CP okoumé	L2= 9%	L3= 18 mm	L1= 8 mm	L2= 9 mm	L3= P150	4

X2=L4= 21-22/25 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	L3= 11%	L4= 25 mm	L2= 12 mm	L3= 18,75	L2= P120	16
MDF médiland	L3= 11%	L4= 25 mm	L2= 12 mm	L4= 25 mm	L3= P150	17
Panneau de particules	L1= 6%	L4= 22 mm	L3= 18 mm	L2= 11 mm	L1= P80	22
OSB	L3= 11%	L4= 22 mm	L1= 8 mm	L1= 5,5 mm	L1= P80	1
CP bouleau	L3= 13%	L4= 21 mm	L3= 18 mm	L1= 5,25 mm	L1= P80	18
CP peuplier	L4= 9%	L4= 22 mm	L2= 12 mm	L1= 5,5 mm	L3= P150	14
CP okoumé	L2= 9%	L4= 22 mm	L1= 8 mm	L2= 11 mm	L3= P150	5

Résultats des essais q/m² (grammage:Y1), en µm (épaisseur:Y7) et en cotation (autres réponses)

MDFe

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	95,33	3,50	3,50	4,00	5,00	4,17	68,33	2,50	3,00
X2=L2	42,32	3,00	3,00	2,83	5,00	4,83	56,67	2,83	2,00
X2=L3	83,95	4,17	4,00	2,00	5,00	4,50	81,67	3,00	3,17
X2=L5	62,78	4,50	4,17	1,50	5,00	4,50	71,67	2,00	1,00

MDFm

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	97,77	4,17	3,33	3,83	5,00	3,50	66,67	4,00	2,83
X2=L2	61,31	3,00	1,00	4,50	5,00	4,00	55,00	2,00	1,00
X2=L3	45,82	4,83	3,83	2,33	5,00	4,83	73,33	2,00	4,00
X2=L5	75,57	4,50	4,33	2,83	5,00	4,83	73,33	1,67	1,50

M1

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L3	108,41	5,00	5,00	1,83	5,00	5,00	88,33	2,00	3,00

PP

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L2	94,76	4,00	4,00	3,83	5,00	4,67	70,00	3,00	2,67
X2=L3	93,79	3,33	3,17	3,83	5,00	3,50	68,33	3,33	3,67
X2=L4	81,92	3,17	3,83	3,33	5,00	4,50	66,67	3,67	2,00

OSB

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	96,17	3,83	4,00	3,83	5,00	3,33	85,00	2,50	3,00
X2=L2	89,80	4,00	4,00	4,00	4,50	4,67	96,67	2,00	3,33
X2=L3	96,20	4,33	4,00	4,50	5,00	4,83	103,33	2,00	3,67
X2=L4	96,38	4,00	4,00	4,50	4,83	4,67	83,33	3,67	3,00

CP Peuplier

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	98,48	3,50	3,50	4,00	5,00	4,00	78,33	2,00	4,00
X2=L2	96,14	5,00	4,50	4,67	4,83	5,00	106,67	2,00	3,50
X2=L3	64,94	5,00	4,00	4,83	4,83	4,33	103,33	2,33	2,50
X2=L4	95,95	5,00	4,50	4,17	4,00	4,83	105,00	2,00	3,17

CP Okoumé

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	94,67	5,00	4,17	4,50	2,50	3,83	103,33	1,67	3,50
X2=L2	101,18	5,00	4,17	5,00	3,67	4,17	111,67	1,67	3,00
X2=L3	102,42	4,50	4,00	3,50	4,50	4,00	83,33	2,17	2,67
X2=L4	96,28	5,00	4,83	4,33	1,50	4,00	121,67	1,67	2,50

CP Bouleau

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	98,05	4,67	4,17	4,50	5,00	4,67	91,67	1,00	3,83
X2=L2	96,34	5,00	4,00	5,00	5,00	5,00	95,00	2,00	3,00
X2=L3	94,18	5,00	4,00	4,17	5,00	4,17	103,33	1,67	2,00
X2=L4	91,85	5,00	3,00	4,33	5,00	4,17	86,67	2,00	3,00

CP Hêtre

	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	101,60	5,00	5,00	5,00	4,67	4,00	91,67	0,50	4,50
X2=L2	110,45	5,00	5,00	4,83	4,83	4,00	91,67	1,33	4,33

Annexe R. RESULTATS DES ESSAIS APRES AJUSTEMENT DES PARAMETRES DU SUBSTRAT

Matrices d'expérience:*X2= L1=9-10 mm*

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	11	10	36	10	P120	29
MDF médiland	6	10	16	2,4	P180	20
OSB	9	10	15	1,5	P120	13
CP bouleau	9	9	12	2,5	P60	5
CP peuplier	13	10	12	2,5	P120	5
CP okoumé	6	10	12	5	P120	9
CP hêtre	9	9	15	9	P150	15

X2=L2=15-16 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	13	16	18	6	P120	24
MDF médiland	13	16	18	2	P240	23
Panneau de particules	9	16	20	6	P60	26
OSB	11	15	15	2	P120	14
CP bouleau	9	15	10	5	P60	3
CP peuplier	13	15	12	3,75	P120	6
CP okoumé	9	15	12	7,5	P120	11
CP hêtre	9	15	15	15	P150	17

X2=L3=18-19 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	13	19	15	14,25	P120	16
MDF médiland	9	19	16	4,75	P180	21
MDF M1	9	18	8	9	P240	2
Panneau de particules	9	19	22	7	P60	27
OSB	11	18	36	3	P120	28
CP bouleau	9	18	10	7	P80	4
CP peuplier	13	18	12	4,5	P120	7
CP okoumé	6	18	12	12	P120	8

ANNEXES

X2=L4= 21-22/25 mm

Facteur du substrat	X1	X2	X3	X4	X5	n° prog
MDF ébénisterie	13	25	15	21	P100	18
MDF médiland	11	25	15	25	P180	19
Panneau de particules	9	22	18	8	P60	25
OSB	11	22	8	4	P150	1
CP bouleau	9	21	18	5,25	P60	22
CP peuplier	11	22	12	5,5	P120	10
CP okoumé	6	22	12	11	P120	12

Résultats des essais en g/m² (grammage:Y1), en µm (épaisseur:Y7) et en cotation (autres réponses)

MDFe									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	135,05	5,00	4,17	5,00	5,00	4,17	100,00	2,00	3,33
X2=L2	100,82	5,00	4,00	4,33	5,00	4,33	110,00	2,17	3,50
X2=L3	122,95	5,00	4,00	3,33	5,00	4,00	100,00	3,00	3,00
X2=L5	106,48	5,00	4,33	3,00	5,00	4,33	86,67	1,33	3,00

MDFm									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	128,51	5,00	4,00	4,67	5,00	4,50	93,33	4,33	3,67
X2=L2	115,71	5,00	4,50	5,00	5,00	4,83	88,33	1,33	3,50
X2=L3	85,94	5,00	4,00	4,00	5,00	5,00	98,33	2,00	3,33
X2=L5	104,18	5,00	4,67	4,50	5,00	4,83	80,00	2,00	3,00

M1									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L3	122,16	5,00	5,00	3,33	5,00	4,67	98,33	3,17	3,50

PP									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L2	106,21	5,00	5,00	5,00	5,00	4,33	113,33	2,00	3,33
X2=L3	111,00	5,00	4,50	5,00	5,00	4,00	103,33	3,17	3,50
X2=L4	109,89	5,00	4,50	4,50	5,00	4,50	96,67	3,17	3,00

OSB									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	120,39	4,50	4,50	5,00	4,17	4,17	100,00	3,00	3,67
X2=L2	123,49	4,00	5,00	4,83	4,83	4,33	101,67	2,33	3,33
X2=L3	104,56	4,00	4,83	5,00	4,33	4,33	105,00	2,00	3,50
X2=L4	112,73	4,00	4,50	4,50	5,00	5,00	103,33	2,67	3,00

CP Bouleau									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	128,86	5,00	5,00	5,00	5,00	4,00	128,33	1,00	3,50
X2=L2	123,11	5,00	5,00	4,50	5,00	4,17	120,00	1,00	3,50
X2=L3	106,23	5,00	4,33	4,00	5,00	4,33	95,00	1,67	3,50
X2=L4	124,75	5,00	5,00	5,00	5,00	4,50	116,67	3,00	3,50

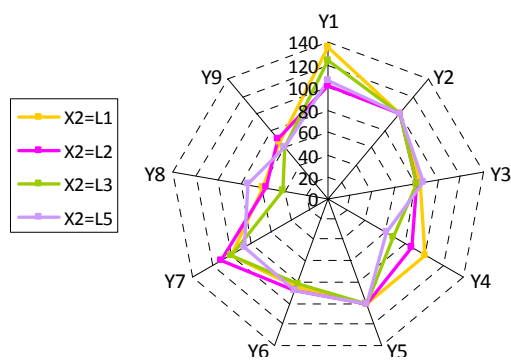
CP Peuplier									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	120,48	5,00	5,00	5,00	5,00	4,83	110,00	2,00	4,00
X2=L2	125,71	5,00	5,00	5,00	4,83	4,50	111,67	3,33	3,83
X2=L3	127,14	5,00	5,00	5,00	5,00	4,83	118,33	3,00	3,33
X2=L4	135,48	5,00	5,00	5,00	5,00	4,50	116,67	1,33	3,33

CP Okoumé									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	106,87	5,00	4,50	4,00	4,33	4,00	106,67	1,33	4,00
X2=L2	124,99	5,00	5,00	3,50	3,83	4,50	110,00	2,00	4,00
X2=L3	128,87	5,00	5,00	3,50	3,83	4,00	123,33	2,17	3,50
X2=L4	125,59	5,00	5,00	3,33	3,00	4,50	126,67	2,00	3,00

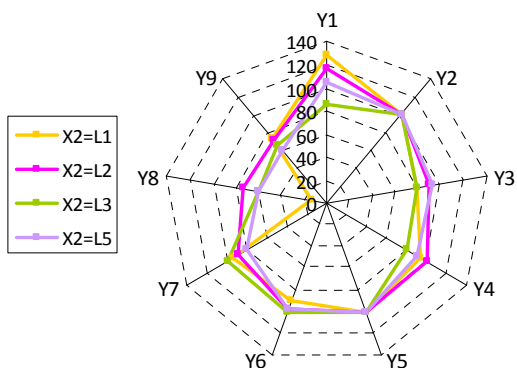
CP Hêtre									
	Y1	Y2	Y3	Y4	Y5	Y6	Y7	Y8	Y9
X2=L1	131,19	5,00	5,00	5,00	3,83	4,50	106,67	0,33	3,83
X2=L2	137,72	5,00	5,00	4,83	4,00	4,50	113,33	1,33	3,83

Graphiques « radar » :

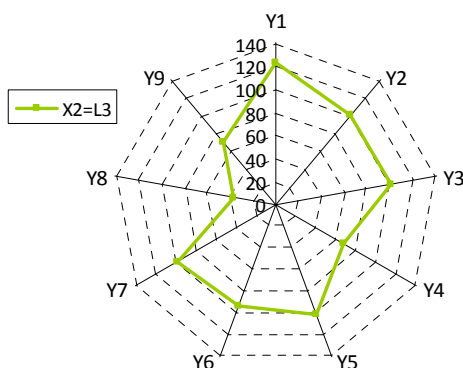
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- MDF ébénisterie



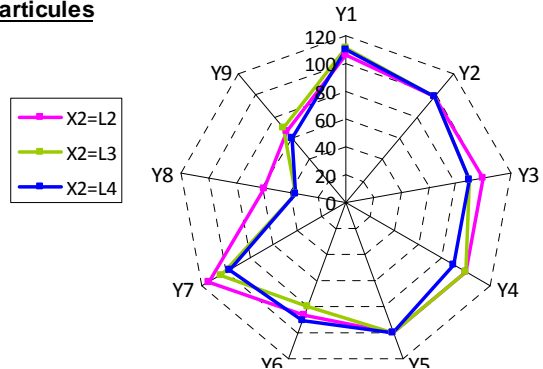
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- MDF médiland



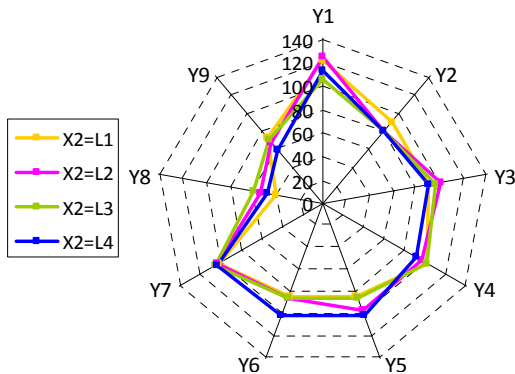
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- MDF M1



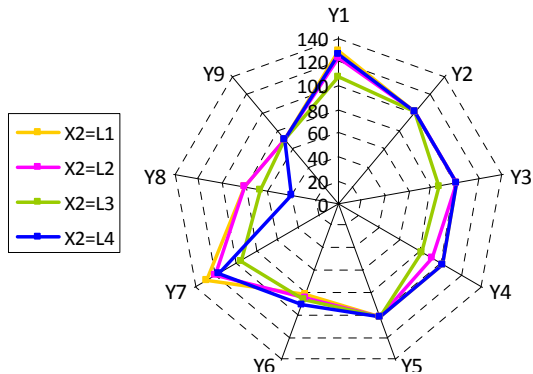
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- Panneau de particules



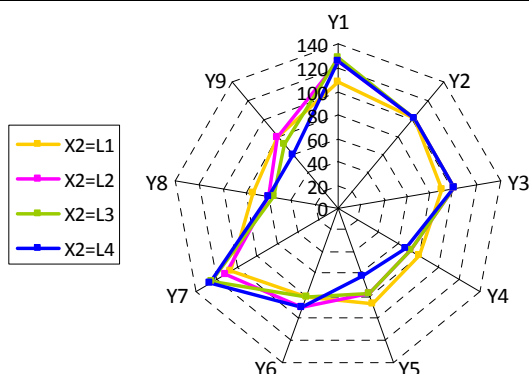
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- OSB



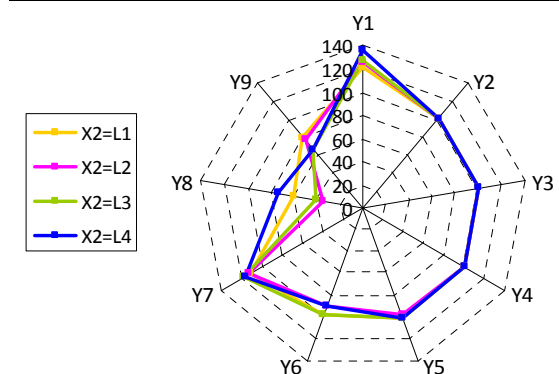
Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- CP bouleau



Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- CP okoumé

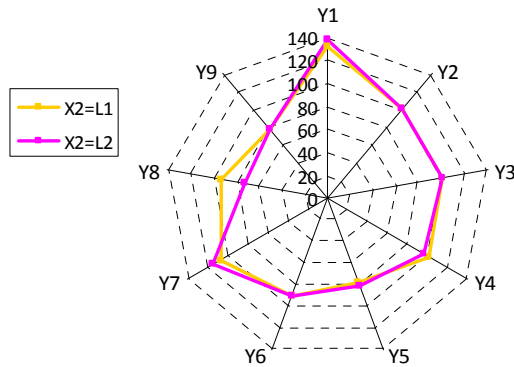


Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- CP peuplier



ANNEXES

Resultats (en pourcentage) après vérification des combinaisons de paramètres optimaux- CP hêtre



Annexe S. ETUDE PRELIMINAIRE DE LA CUISSON DES POUDRES

Paramètres de poudrage:	
Débit de poudre (g/min)	5
Intensité (µA)	5
Tension (kV)	27/28
Débit d'air (N.m3/h)	2,5
Vitesse des pistolets (%)	21
Distance des pistolets (cm)	15
Nombre de contre-électrodes	0

		numéro essai					
		1	2	3	4	5	6
Four IR1	Vitesse d'avance (m/min)	2	2	1,6	1,6	2	1,6
	Ventilation (%)	50	50	50	50	50	50
	Température (°C)	70	75	75	70	70	70
	Puissance IR 4 kW (%)	45	50	50	45	50	40
Four IR2	Ventilation (%)	50	50	50	50	50	50
	Température (°C)	70	75	75	70	70	70
	Puissance IR 4 kW (%)	35	40	40	35	40	30
	Puissance IR 2 KW (%)	35	40	40	35	40	30
Fours IR3, IR4	Ventilation (%)	50	50	50	50	50	50
	Température (°C)	70	75	75	70	70	70
	Puissance IR 4 kW (%)	30	35	35	30	35	25
	Puissance IR 2 KW (%)	30	35	35	30	35	25
Lampes UV1, UV2, UV3	Ventilation (%)	65	65	65	65	65	65
	Petite vitesse (%)	40	40	40	40	40	40
	Grande vitesse (%)	100	100	100	100	100	100
Lampe UV4	Ventilation (%)	70	70	70	70	70	70
	Petite vitesse (%)	40	40	40	40	40	40
	Grande vitesse (%)	100	100	100	100	100	100

Suite aux essais de caractérisation des finitions selon les exigences NF cuisine, salle de bains, mobilier de collectivité, d'éducation, de santé et de crèche sur les 6 panneaux issus de combinaison de cuisson différents, les conclusions ont été les suivantes :

Meilleure résistance aux chocs de billes: tous les essais sont équivalents et donnent des résultats corrects et suffisants pour plans de travail. Meilleure résistance à l'abrasion: essais 1 et 6 donnent de bons résultats pour plans de travail, mais un peu limite quand même. Il manque un peu d'épaisseur au feuillet. Meilleure résistance à la rayure: essai 5 légèrement plus résistant (mais encore insuffisant pour les plans de travail de cuisine). Meilleure résistance au feutre indélébile noir: tous les essais sont équivalents et donnent de bons résultats pour plans de travail. Meilleure résistance au vernis à ongle: essais 5 et 6 légèrement par rapport aux autres, mais bons quand même. Meilleure résistance à l'acétone: essais 1 et 4 légèrement meilleurs que les autres qui donnent quand même de bons résultats (cuisson suffisante). Meilleure résistance au dissolvant: essai 3 donne une meilleure résistance par rapport aux autres essais (essai 1 moins bon). Meilleure adhérence: essais 2 et 3 donnent les meilleurs résultats, mais bons résultats dans l'ensemble.

ANNEXES

A la vue des essais les plus importants concernant les exigences des normes liées aux plans de travail (cuisine), il semblerait que les caractéristiques suivantes restent à être améliorées:

- la résistance à l'abrasion: augmenter un peu l'épaisseur de feuil (120-150 μm sans doute nécessaires pour des plans de travail),
- la résistance à la rayure: même si l'augmentation de l'épaisseur de feuil semble contradictoire avec l'amélioration de la résistance à la rayure, l'augmentation de la cuisson ou bien la modification chimique de la poudre sont des points à ne pas négliger,
- la résistance au dissolvant: même si la résistance à l'acétone est acceptable pour tous ces essais de cuisson (mais ne pas s'inquiéter car essai pas nécessaire pour cuisine, que pour salles de bains!).

Essais qui semblent les meilleurs: 1, 5 et 6.

En tout cas, il n'est vraisemblablement pas nécessaire d'augmenter la température des fours pour augmenter la qualité de cuisson des éprouvettes (essais 2 et 3), mais plutôt d'augmenter la taux de rayonnement (puissance des lampes) (essais 2, 3 et 5) et d'augmenter le temps de cuisson (ralentir la vitesse d'avance des éprouvettes) (essais 3, 4 et 6).

Même, il semblerait qu'un temps de cuisson plus long avec une puissance de chauffage moins importante soit une meilleure solution pour obtenir une belle finition lisse et résistante.

Pour une vitesse d'avance de 2m/min dans les éléments de cuisson, une augmentation de la puissance des lampes sans augmentation de la température (essai 5 par rapport aux essais 1 et 2), a permis d'augmenter la résistance à la rayure, donc essayer d'augmenter quandmeme la puissance des lampes pour améliorer cette caractéristique de la finition.

Annexe T. ETUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR DANS LE DOMAINE INDUSTRIEL (ECOFIA)

Annexe T.1. Epaisseur de finition poudre LB 700 verte sur le MDF

Résultats Epaisseur (NF EN ISO 2808) :

Essais	Epaisseur 1	Epaisseur 2	Epaisseur 3	Moyenne	Etendue	
1	100	105	90	98,33	15	
2	115	100	120	111,67	20	
3	120	115	120	118,33	5	
4	100	100	90	96,67	10	
5	105	110	110	108,33	5	
6	100	105	105	103,33	5	
7	100	105	95	100,00	10	
8	110	95	105	103,33	15	
9	100	90	105	98,33	15	104,26
10	120	125	130	125,00	10	
11	130	130	140	133,33	10	
12	120	130	125	125,00	10	
13	125	130	135	130,00	10	
14	130	120	125	125,00	10	
15	130	135	135	133,33	5	
16	125	130	125	126,67	5	
17	120	120	130	123,33	10	
18	125	130	130	128,33	5	127,777778
19	145	170	165	160,00	25	
20	140	140	135	138,33	5	
21	160	130	135	141,67	30	
22	150	170	160	160,00	20	
23	160	130	150	146,67	30	
24	145	150	160	151,67	15	
25	160	160	160	160,00	0	
26	160	145	150	151,67	15	
27	95	100	90	95,00	10	151,25
			moyenne :	125,68	12,04	

manque de poudre

Annexe T.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue
1	3	2	3	2,67	1
2	2	4	4	3,33	2
3	4	1	4	3,00	3
4	3	2	2	2,33	1
5	2	2	2	2,00	0
6	1	2	1	1,33	1
7	3	3	3	3,00	0
8	2	1	2	1,67	1
9	2	2	3	2,33	1
10	3	3	3	3,00	0
11	4	1	1	2,00	3
12	0	1	1	0,67	1
13	3	3	3	3,00	0
14	3	3	2	2,67	1
15	1	1	1	1,00	0
16	3	3	3	3,00	0
17	3	3	3	3,00	0
18	2	2	1	1,67	1
19	3	2	3	2,67	1
20	2	3	1	2,00	2
21	1	1	1	1,00	0
22	3	3	3	3,00	0
23	1	1	1	1,00	0
24	1	2	2	1,67	1
25	4	4	4	4,00	0
26	2	2	2	2,00	0
27	1	1	1	1,00	0
moyenne :				2,22	0,74

Annexe T.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure

Résultats Rayure (NF EN I15186) :

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue
1	0,3	0,2	0,3	0,27	0,1
2	0,9	1,0	0,9	0,93	0,1
3	1,1	1,0	1,0	1,03	0,1
4	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
5	0,7	0,8	0,7	0,73	0,1
6	1,0	0,9	1,0	0,97	0,1
7	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
8	1,0	0,9	1,0	0,97	0,1
9	0,7	0,7	0,6	0,67	0,1
10	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
11	0,9	0,9	0,8	0,87	0,1
12	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
13	0,8	0,8	0,8	0,80	0,0
14	0,8	0,8	0,7	0,77	0,1
15	0,8	0,7	0,7	0,73	0,1
16	0,2	0,2	0,3	0,23	0,1
17	0,6	0,6	0,7	0,63	0,1
18	0,8	0,7	0,8	0,77	0,1
19	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
20	0,6	0,7	0,6	0,63	0,1
21	0,7	0,7	0,8	0,73	0,1
22	0,3	0,2	0,3	0,27	0,1
23	0,8	0,8	0,7	0,77	0,1
24	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
25	0,2	0,2	0,3	0,23	0,1
26	0,7	0,7	0,8	0,73	0,1
27	0,8	0,8	0,8	0,80	0,0
moyenne :				0,69	0,07

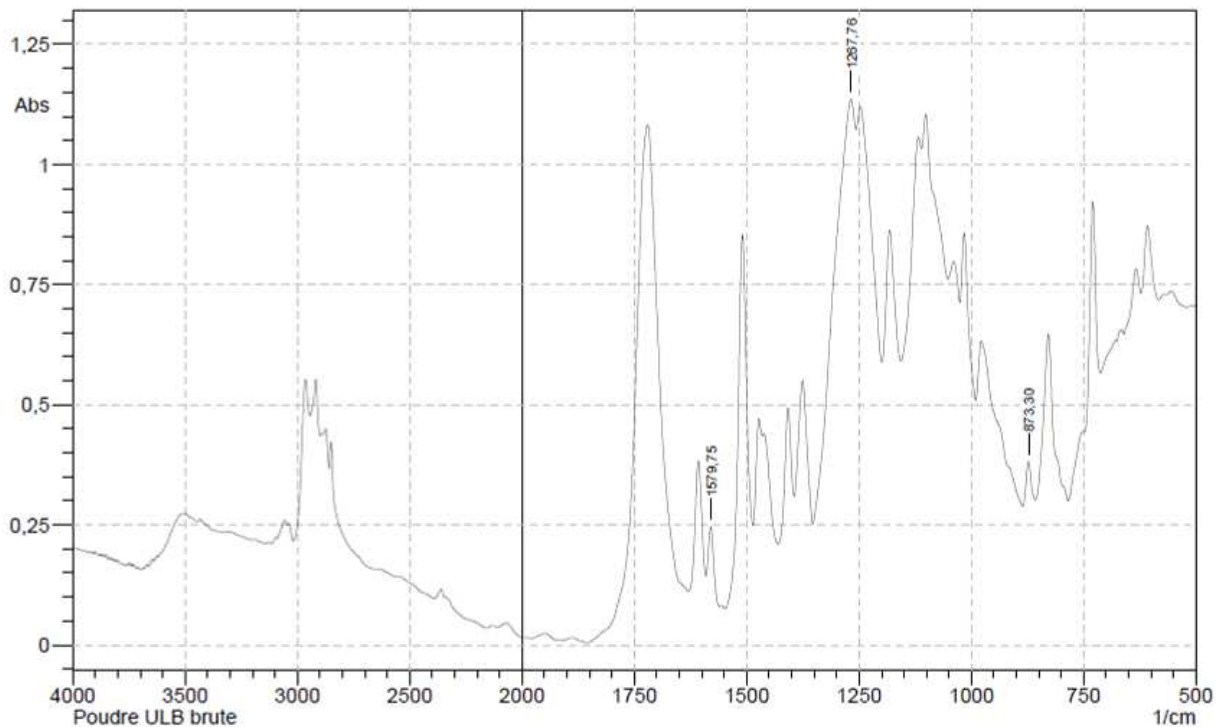
Annexe T.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13.2)) :

Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
1	1	1	1	1,00	0
2	2	2	2	2,00	0
3	2	2	2	2,00	0
4	1	1	1	1,00	0
5	1	1	2	1,33	1
6	2	2	2	2,00	0
7	1	1	1	1,00	0
8	2	1	2	1,67	1
9	1	1	2	1,33	1
10	1	1	1	1,00	0
11	3	2	3	2,67	1
12	2	2	2	2,00	0
13	1	1	1	1,00	0
14	2	2	2	2,00	0
15	2	2	2	2,00	0
16	1	1	2	1,33	1
17	1	1	1	1,00	0
18	2	2	2	2,00	0
19	1	1	1	1,00	0
20	1	1	1	1,00	0
21	2	2	2	2,00	0
22	1	1	2	1,33	1
23	2	2	2	2,00	0
24	2	2	2	2,00	0
25	1	1	1	1,00	0
26	1	1	1	1,00	0
27	2	2	2	2,00	0
moyenne :				1,54	0,22

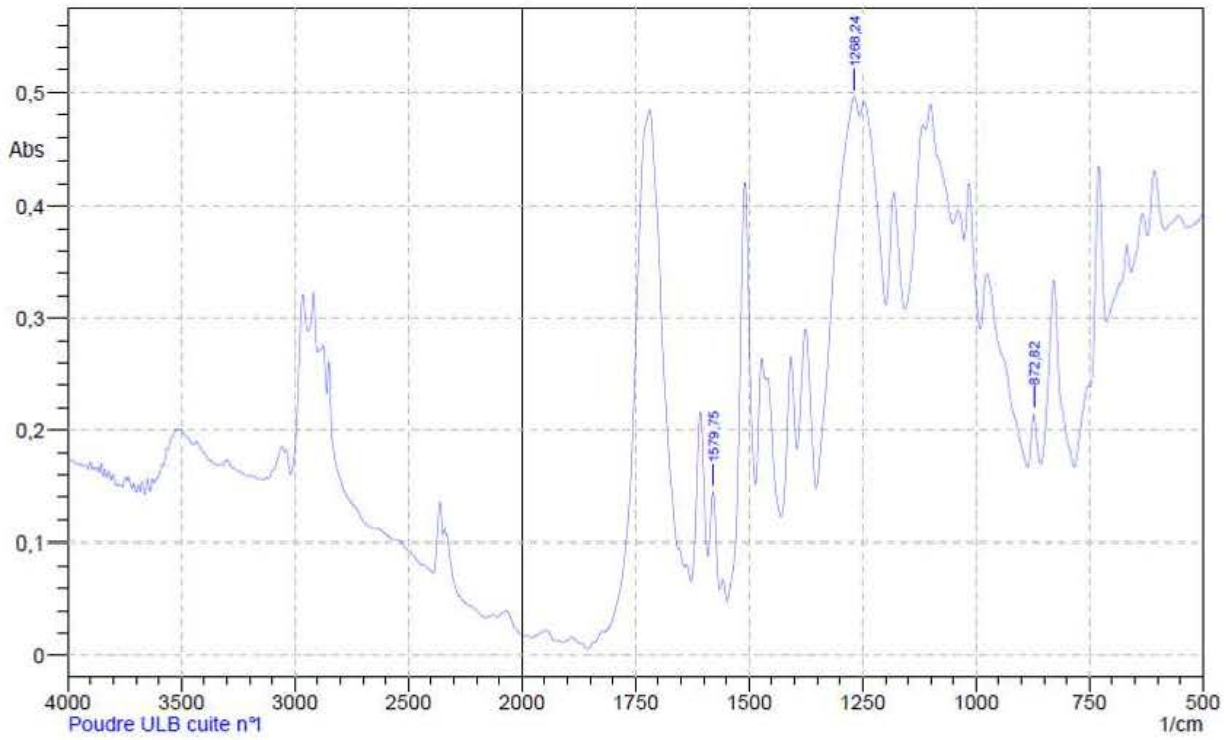
Annexe T.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR

⇒ Les spectres IR de la poudre LB700 vert 674 :

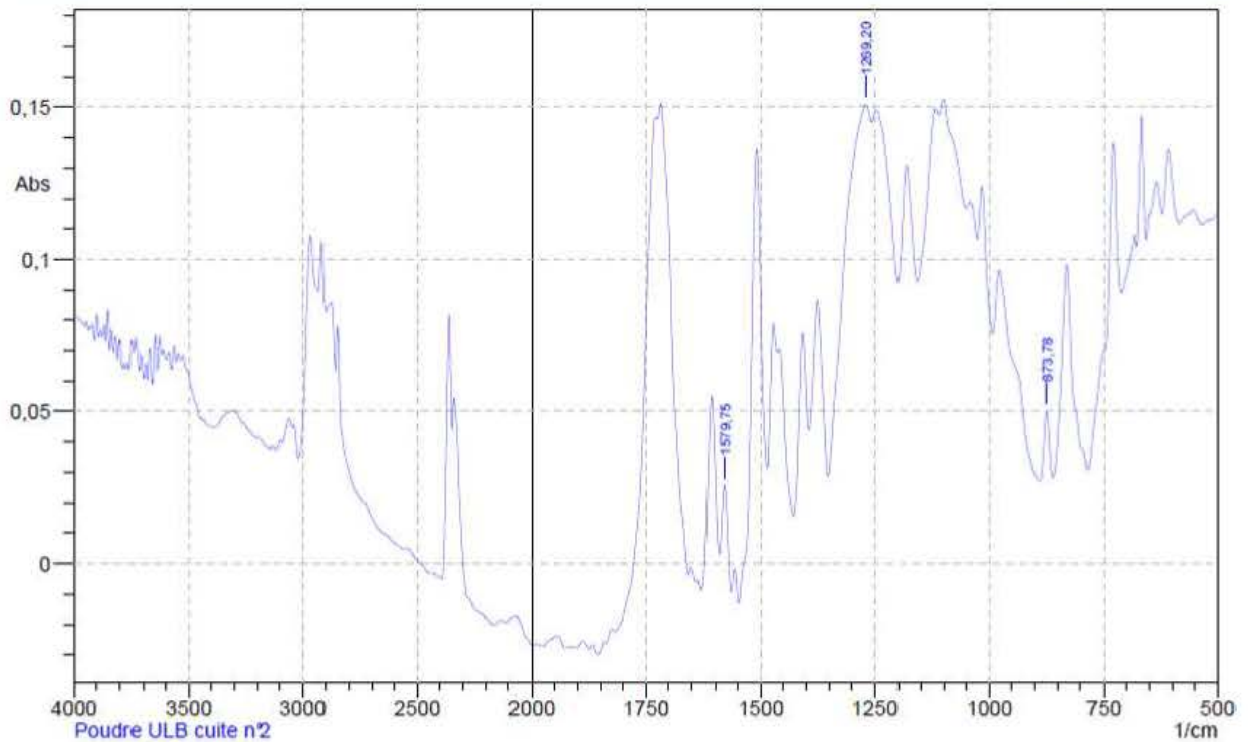


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,3824	0,0879	885,84	857,39	9,4564	1,056
2	1267,76	1,1363	0,157	1353,11	1256,67	71,4418	7,4705
3	1579,75	0,246	0,1256	1590,84	1560,46	4,9155	1,519

ANNEXES

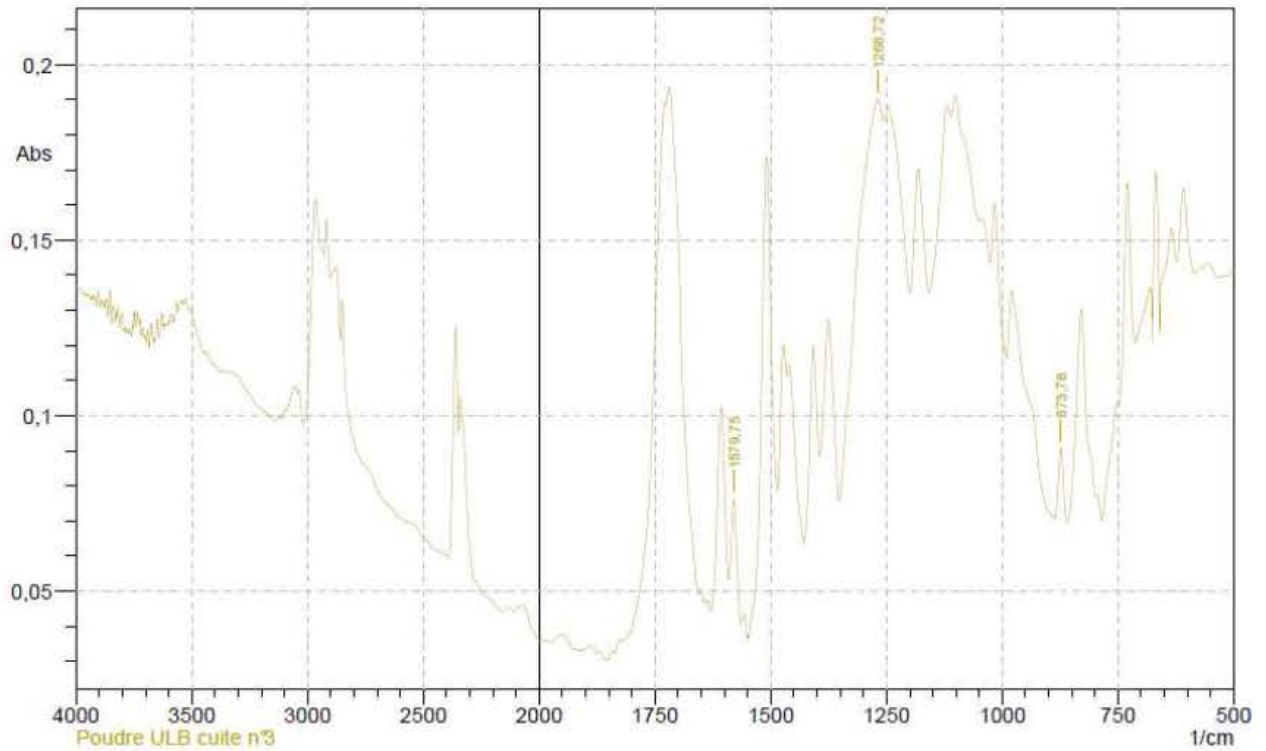


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872.82	0,213796	0,045462	886,32	857,87	5,373544	0,582034
2	1268,24	0,495787	0,056662	1352,63	1256,67	34,617158	4,517753
3	1579,75	0,144505	0,068896	1590,84	1564,8	2,778708	0,866915

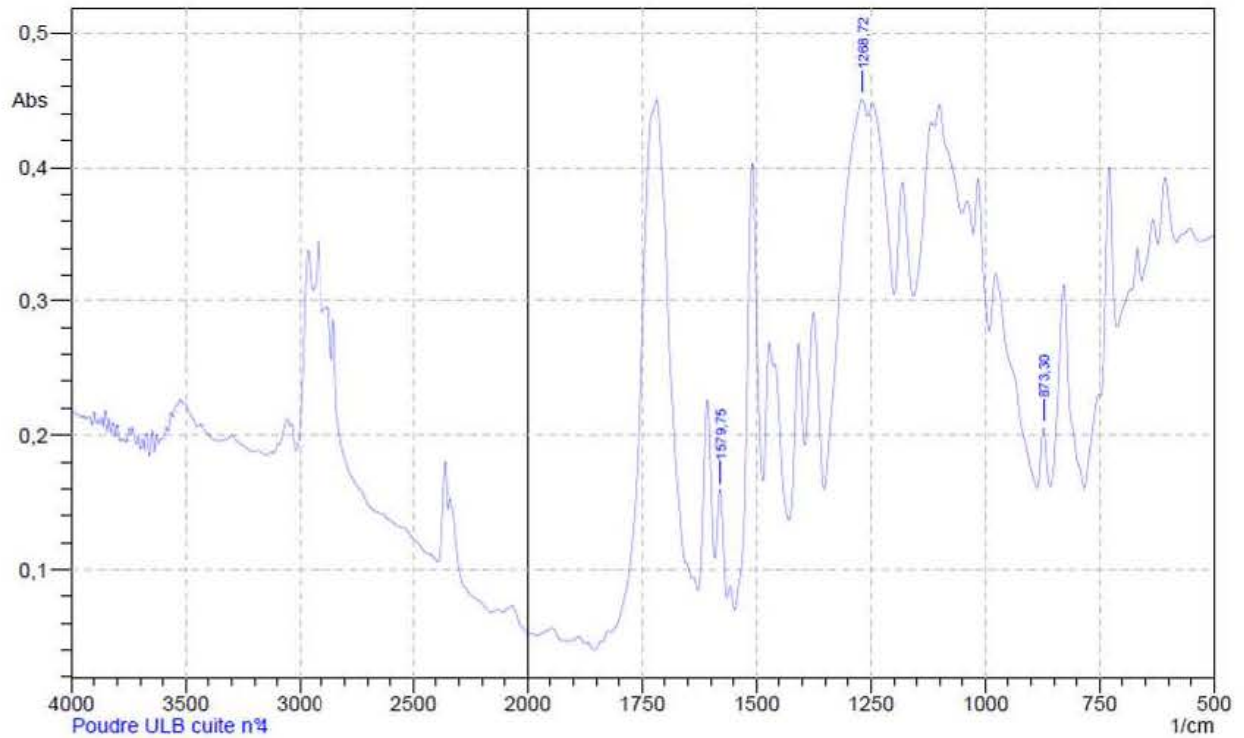


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,050073	0,022298	888,73	859,32	1,102293	0,285504
2	1269,2	0,150978	0,021042	1351,66	1256,67	10,324137	2,046915
3	1579,75	0,025789	0,028123	1591,33	1565,29	0,279728	0,358406

ANNEXES

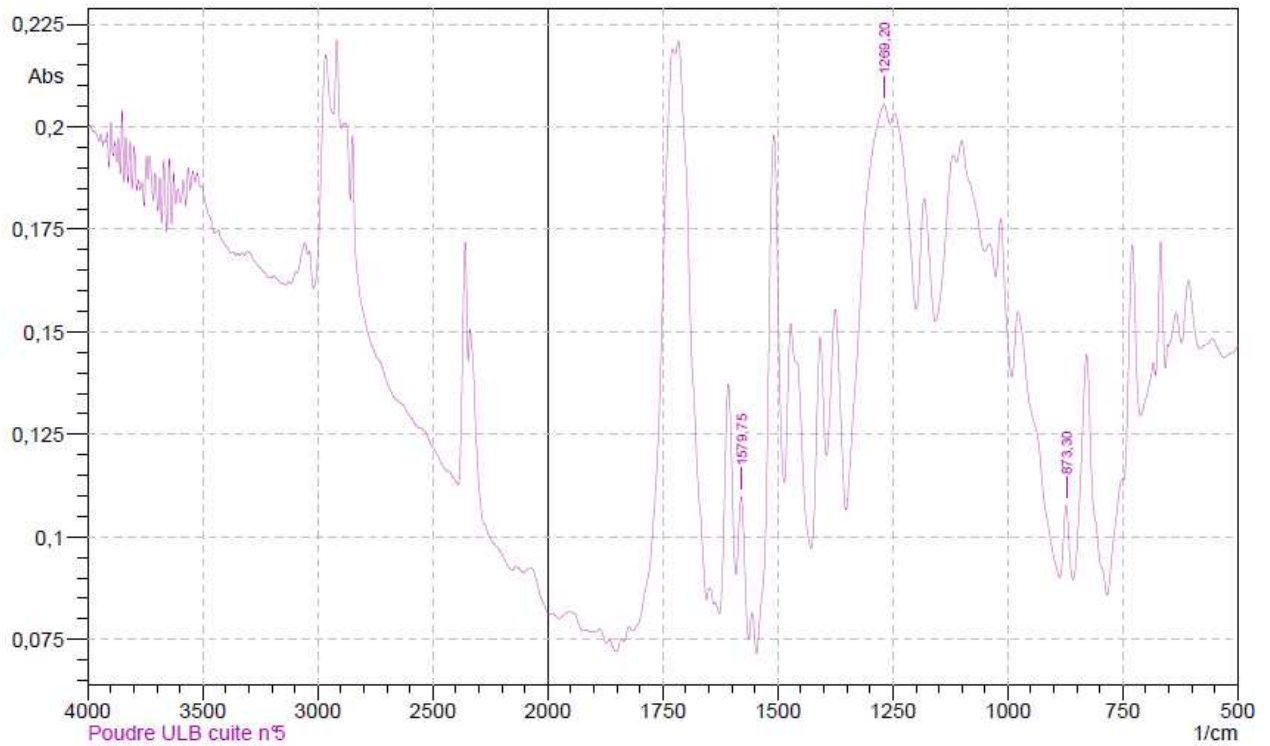


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,090734	0,020592	887,77	858,83	2,273579	0,244584
2	1268,72	0,190202	0,019949	1352,63	1256,67	14,149801	1,698116
3	1579,75	0,076085	0,028488	1590,84	1566,73	1,488309	0,352411

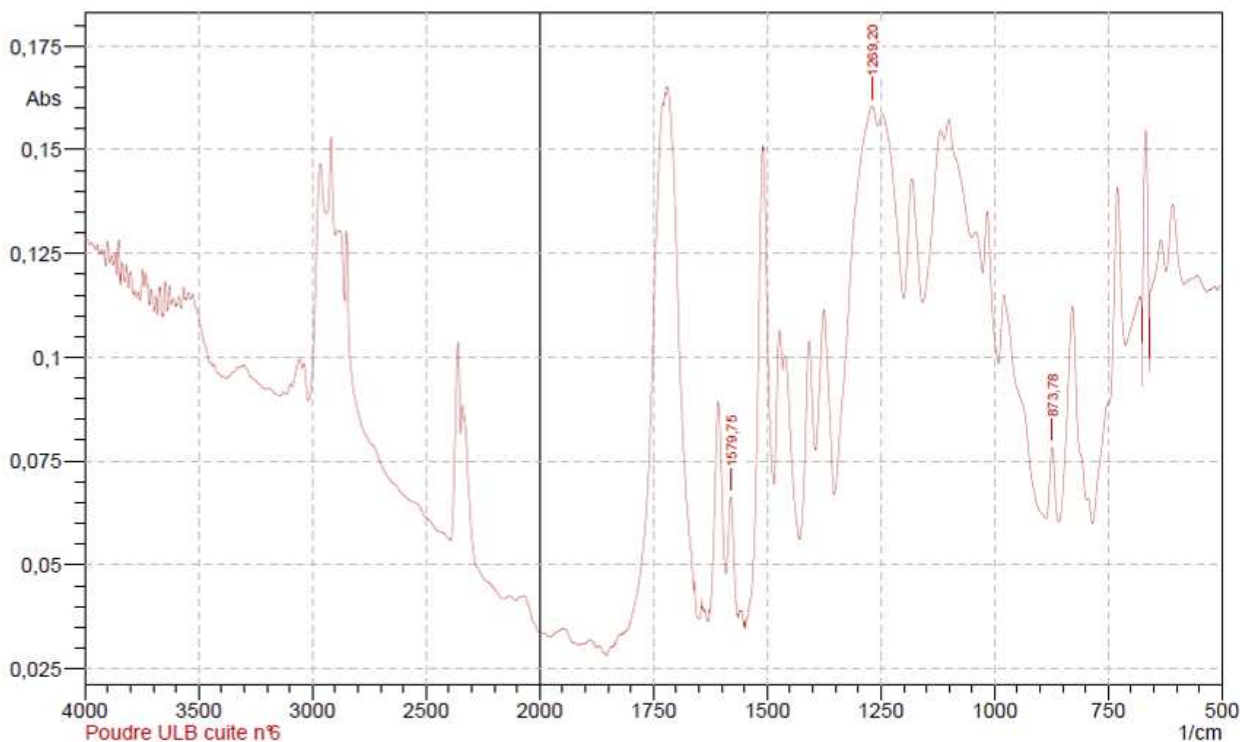


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,205477	0,044201	886,8	857,87	5,231071	0,563457
2	1268,72	0,450544	0,047693	1352,14	1256,67	32,815834	4,284954
3	1579,75	0,159167	0,062958	1590,84	1564,32	3,290807	0,802946

ANNEXES

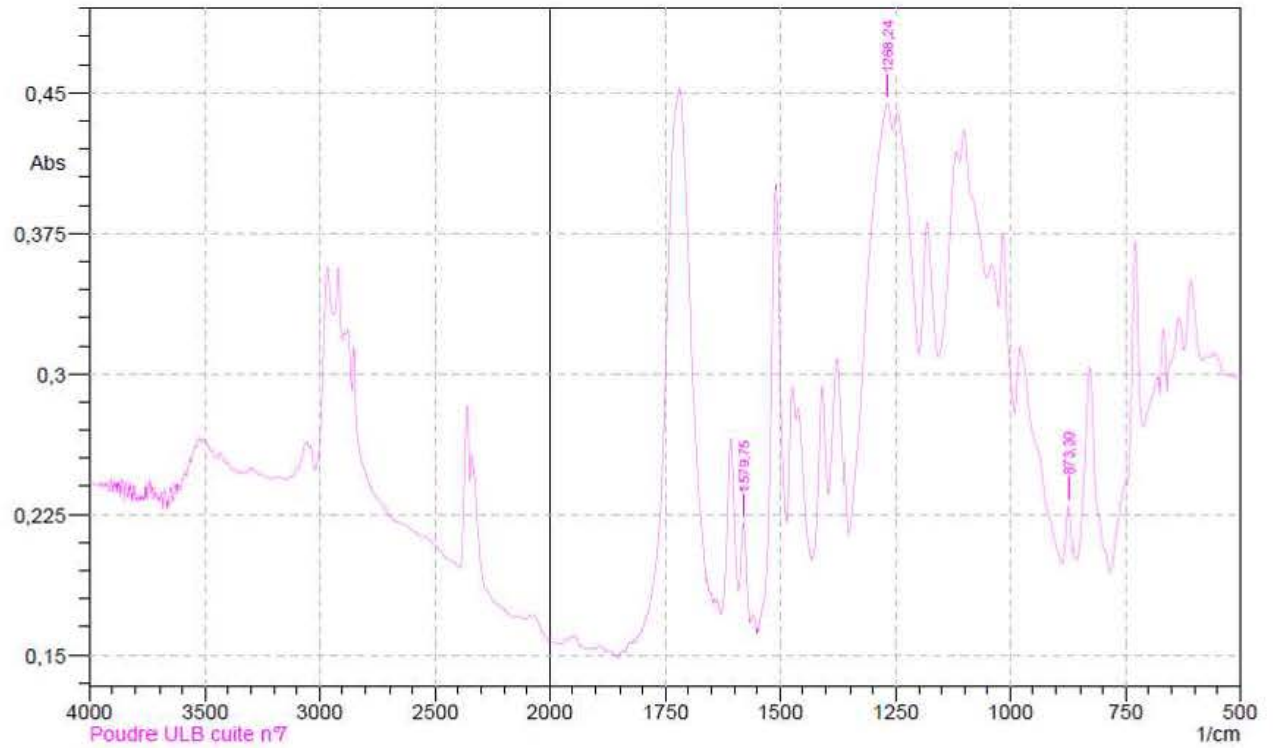


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,107781	0,017956	887,28	858,35	2,82881	0,230174
2	1269,2	0,205396	0,017455	1352,14	1256,18	16,520597	1,777137
3	1579,75	0,109825	0,025402	1591,33	1563,36	2,663226	0,339562

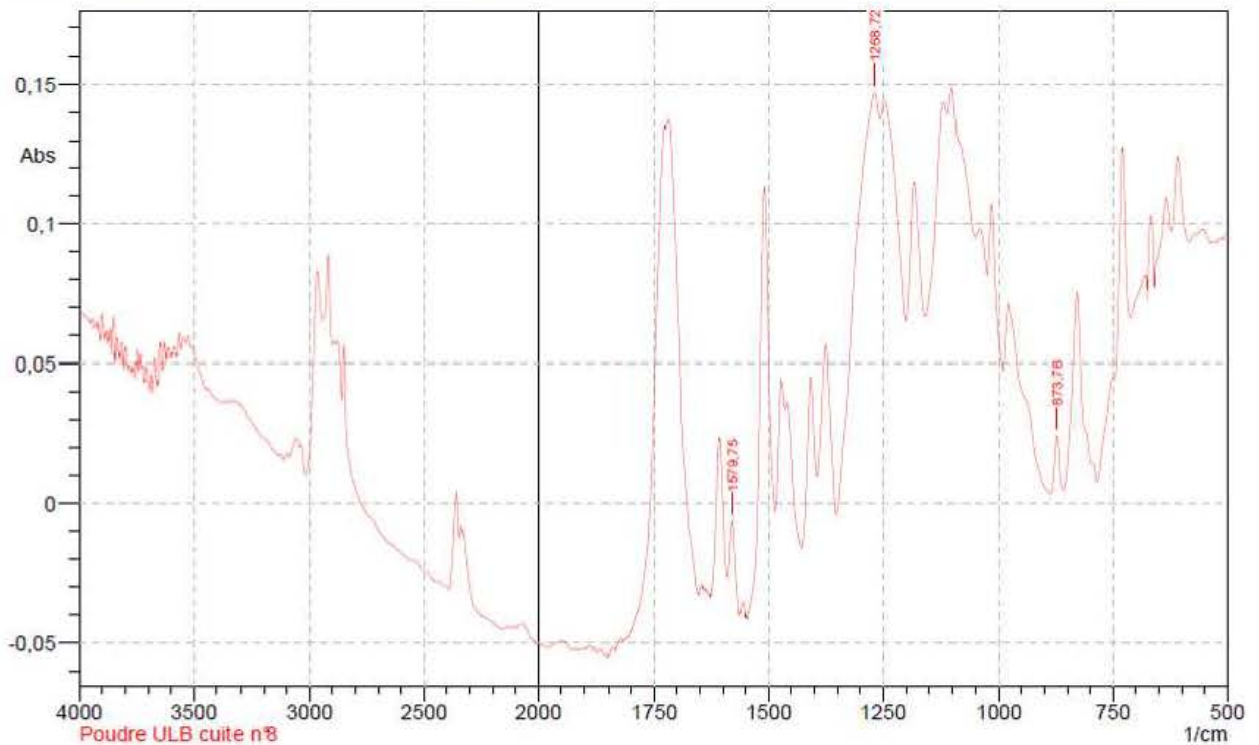


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,078354	0,017535	887,28	858,35	1,967973	0,208951
2	1269,2	0,160512	0,016464	1352,14	1256,67	12,150435	1,518539
3	1579,75	0,06637	0,022366	1590,84	1568,66	1,235866	0,259767

ANNEXES

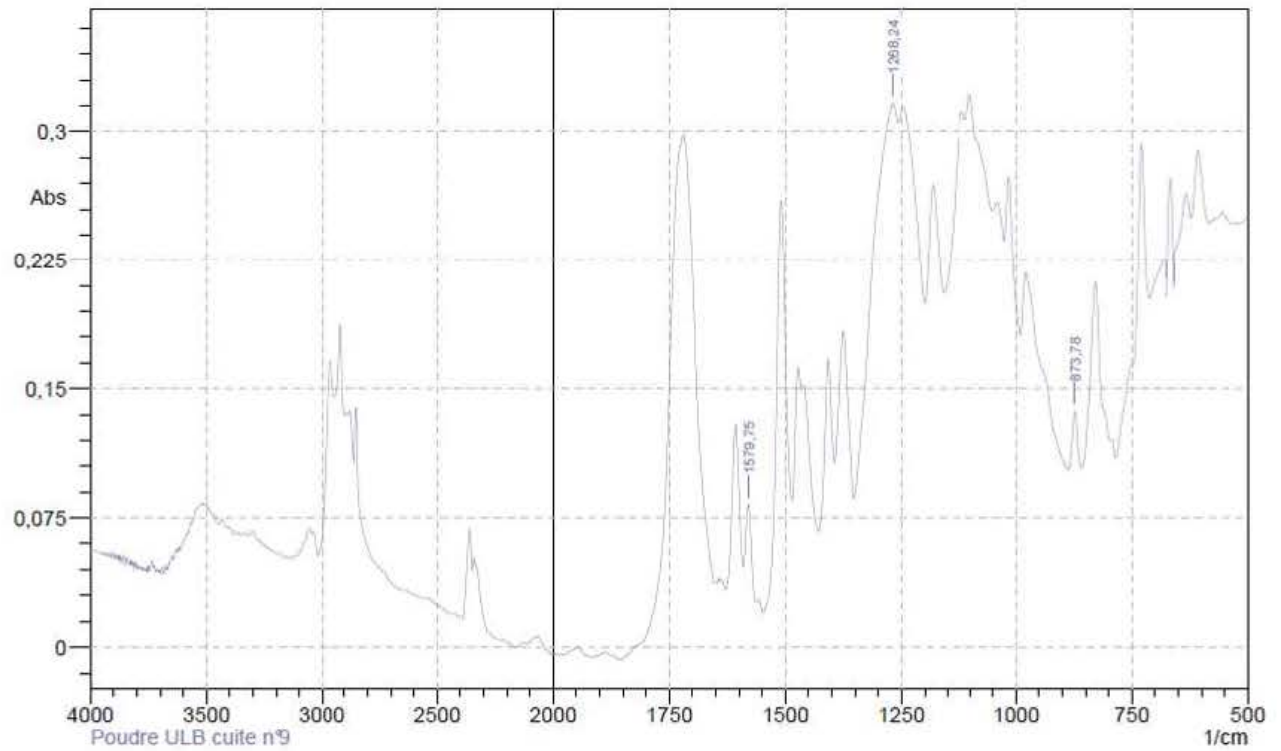


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,229311	0,029832	886,32	857,87	6,034005	0,356454
2	1268,24	0,444375	0,039816	1353,11	1256,67	33,991586	2,89141
3	1579,75	0,220424	0,042741	1590,84	1568,66	4,439099	0,4977

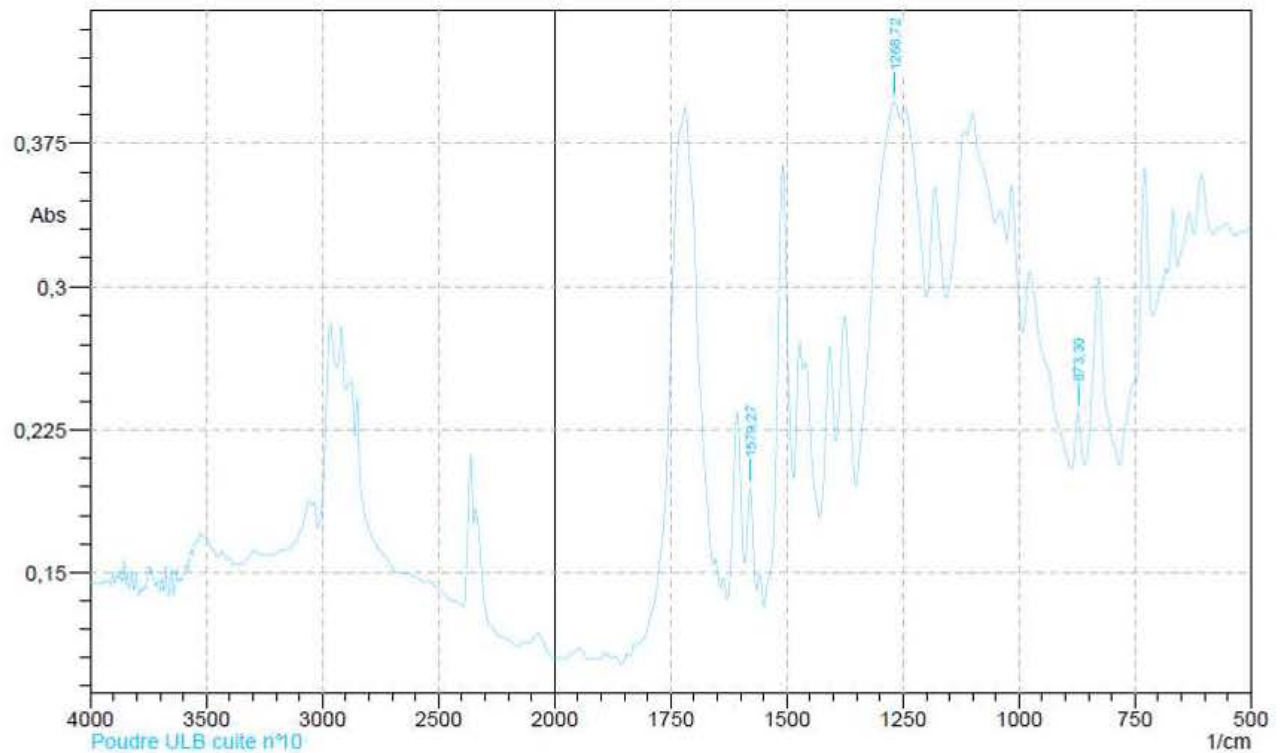


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,024402	0,020273	887,77	859,32	0,358297	0,240469
2	1268,72	0,147052	0,026873	1352,63	1256,67	8,34828	1,912413
3	1579,75	-0,006497	0,025783	1590,84	1566,73	-0,46989	0,320191

ANNEXES

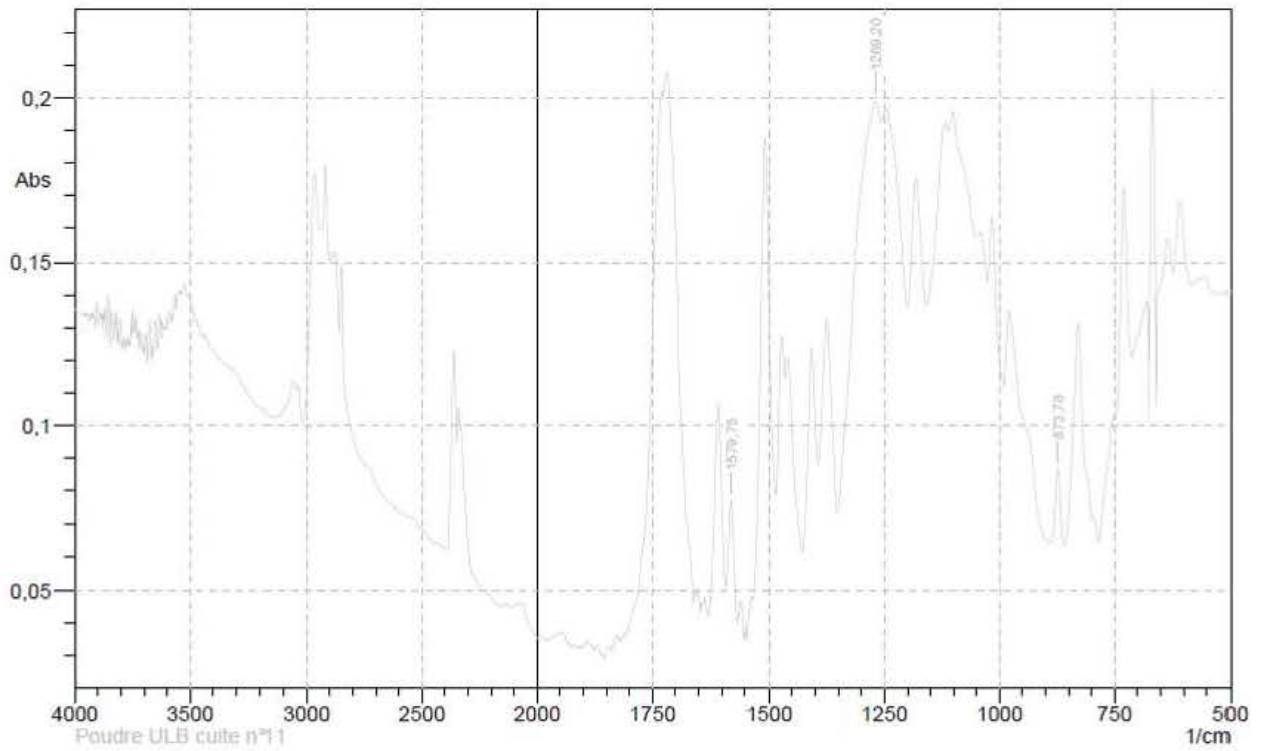


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,136837	0,033467	887,28	857,87	3,441444	0,399827
2	1268,24	0,316261	0,037355	1352,63	1256,67	21,873594	3,075768
3	1579,75	0,082917	0,044972	1590,84	1566,73	1,439275	0,542695

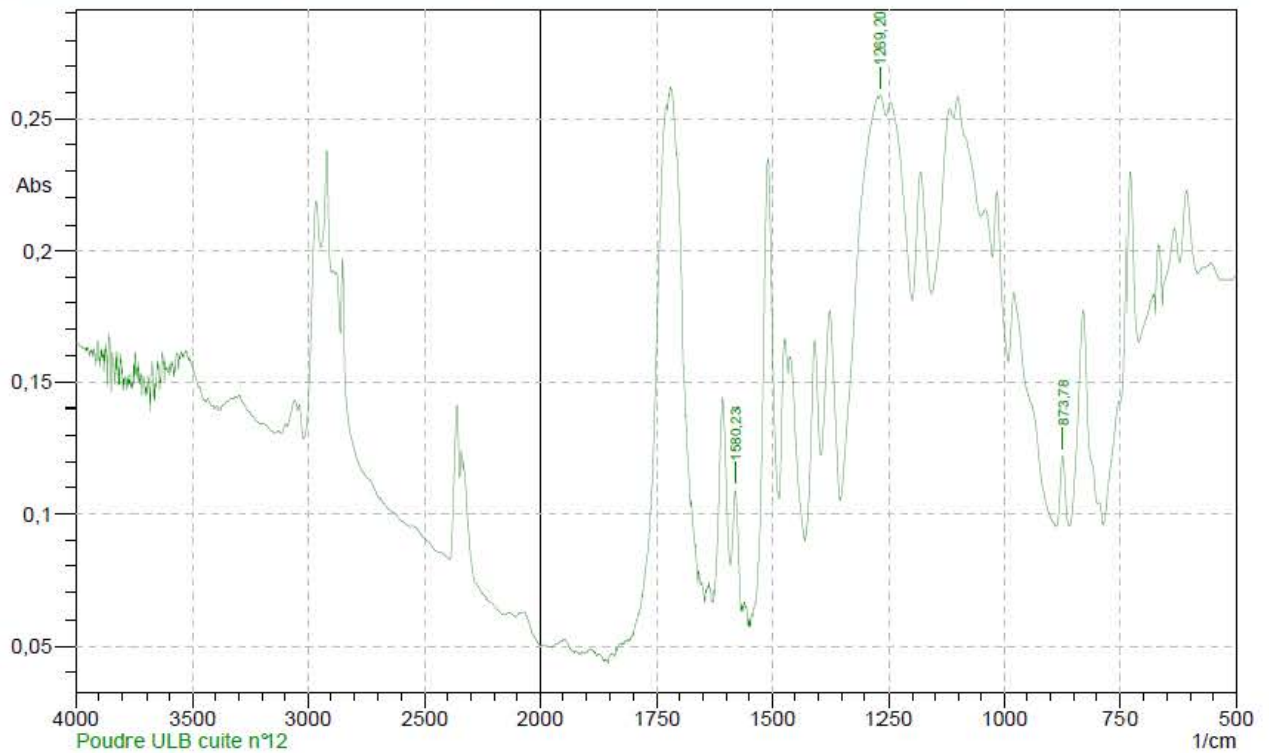


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,234104	0,028762	886,8	858,35	6,210425	0,366341
2	1268,72	0,397072	0,033262	1352,14	1256,67	30,617356	2,760142
3	1579,27	0,194122	0,045955	1590,84	1565,77	4,26656	0,564937

ANNEXES

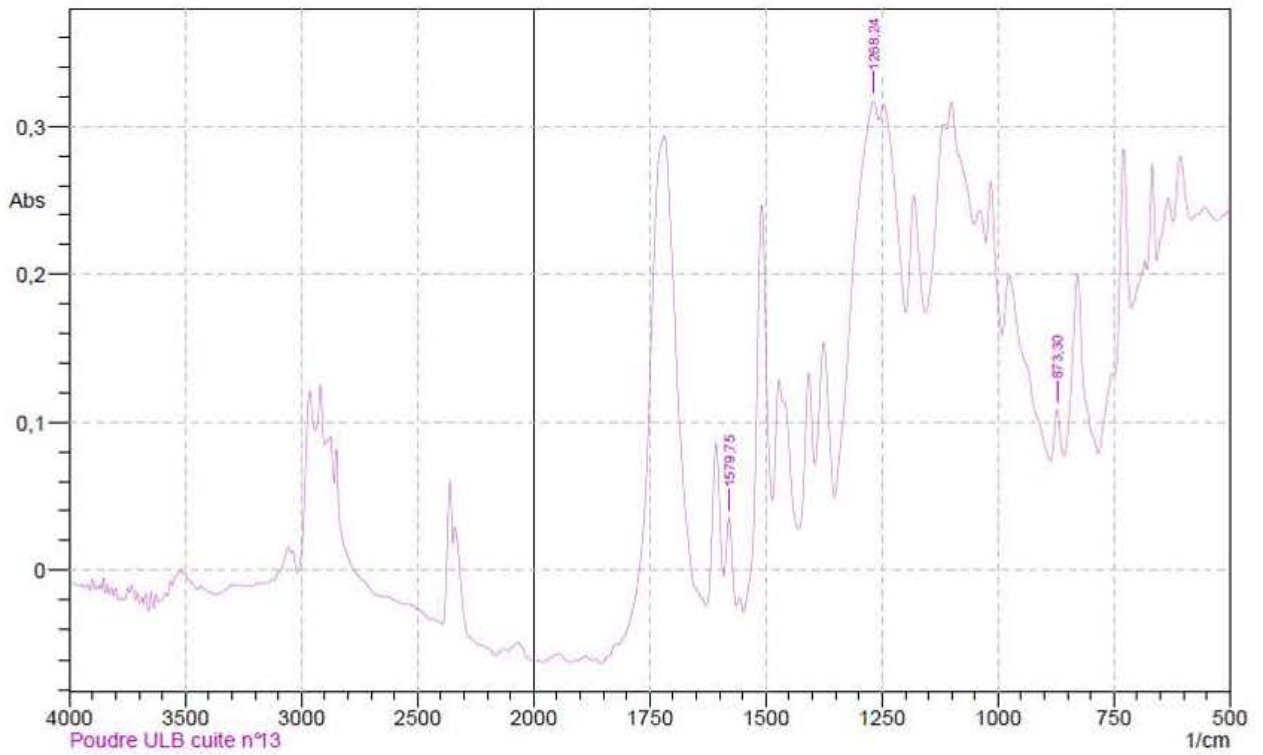


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,086665	0,022804	888,73	859,32	2,150615	0,272
2	1269,2	0,198856	0,021868	1353,11	1256,67	14,684078	1,860979
3	1579,75	0,077117	0,0311	1590,84	1568,18	1,41138	0,370813

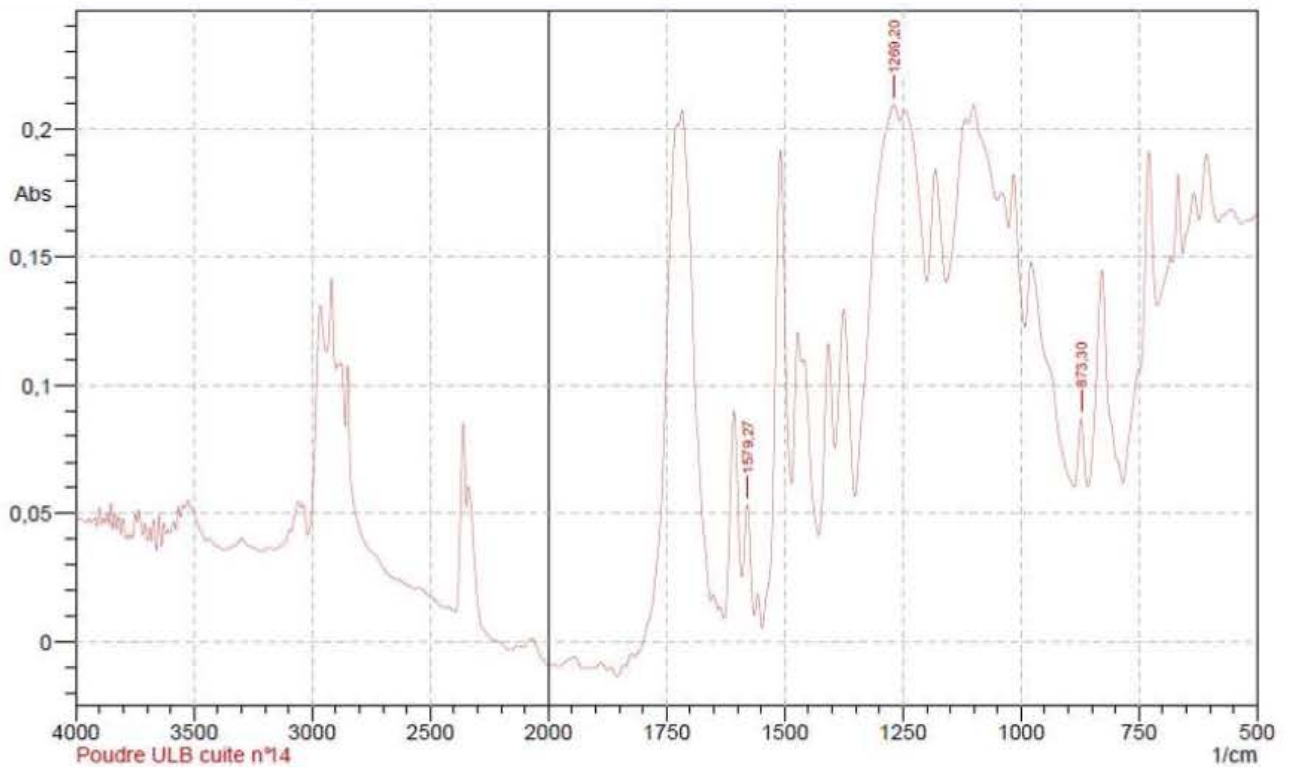


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,122195	0,026936	887,28	858,83	3,031622	0,321246
2	1269,2	0,258895	0,026724	1353,11	1256,67	19,593335	2,414967
3	1580,23	0,108827	0,036416	1590,84	1568,18	2,068702	0,440342

ANNEXES

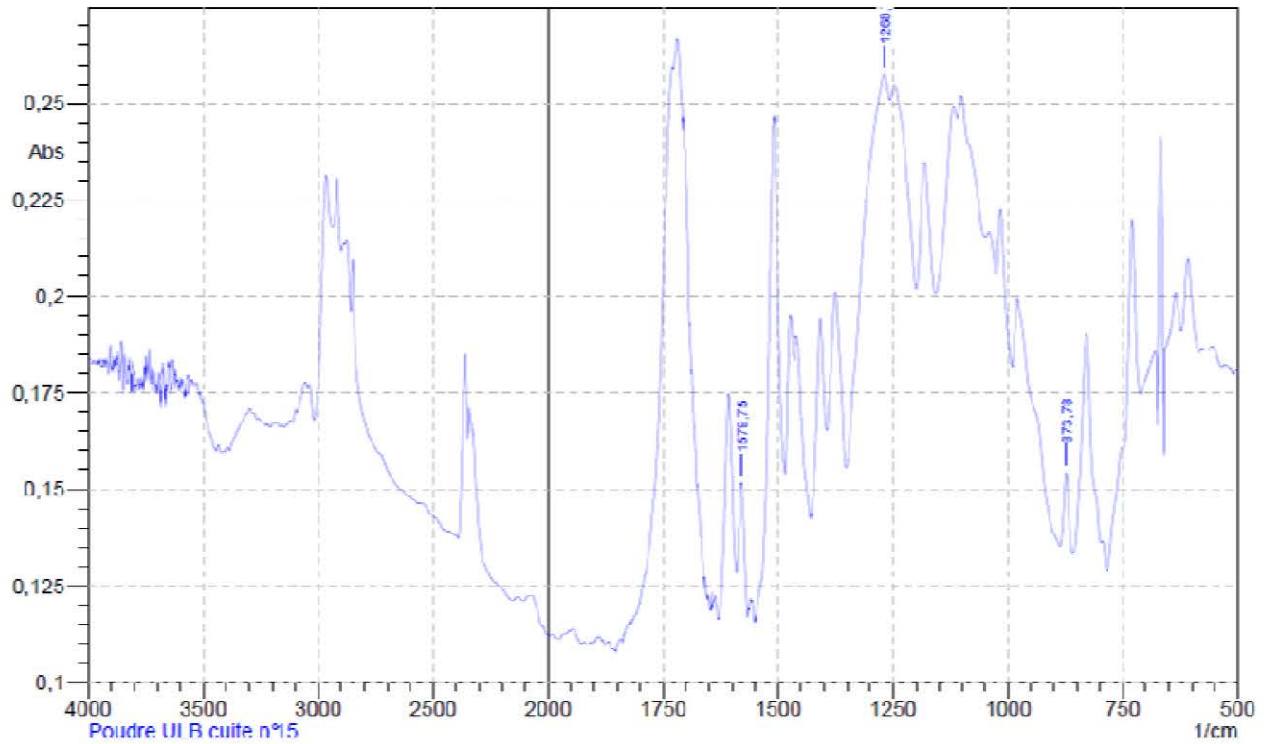


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,108577	0,032916	886,8	857,87	2,611566	0,418587
2	1268,24	0,317182	0,043754	1352,14	1256,67	20,245738	3,342785
3	1579,75	0,035168	0,047237	1591,33	1563,36	0,218189	0,604563

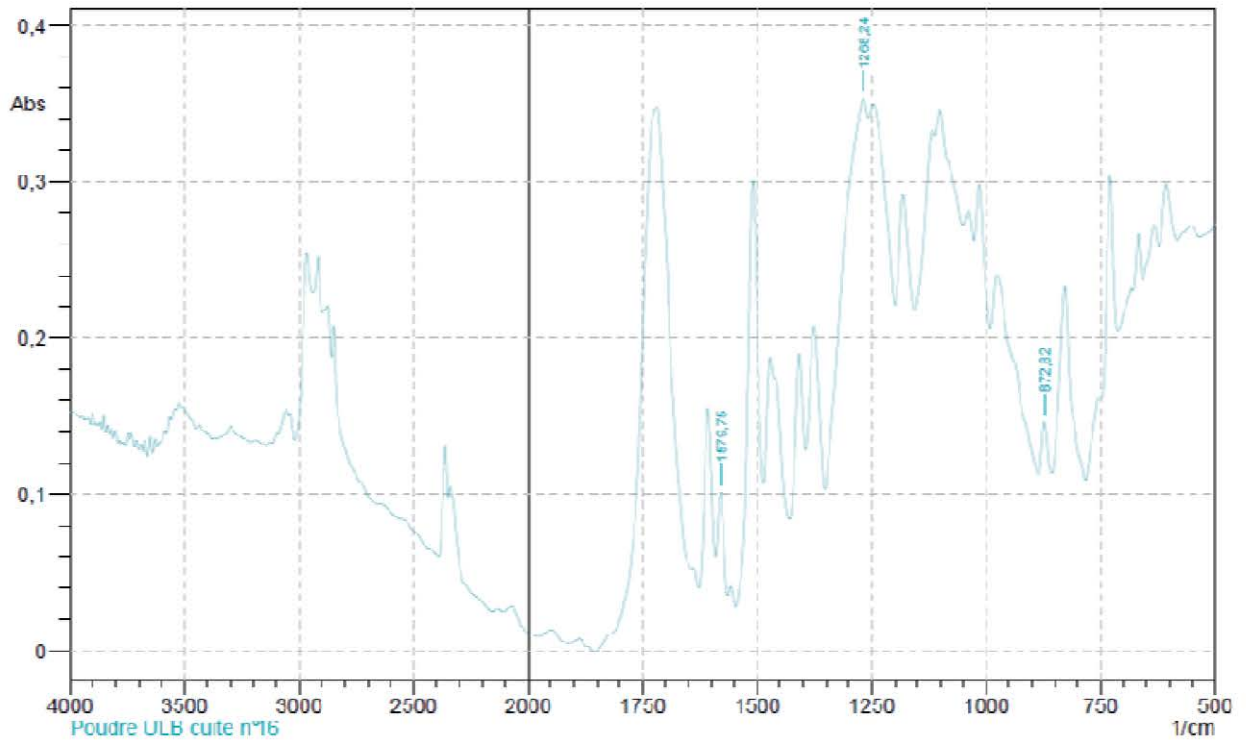


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,086959	0,026352	887,77	858,83	2,09021	0,336665
2	1269,2	0,209121	0,025299	1351,66	1256,67	14,838621	2,491752
3	1579,27	0,05318	0,034636	1590,84	1564,8	0,899024	0,437534

ANNEXES

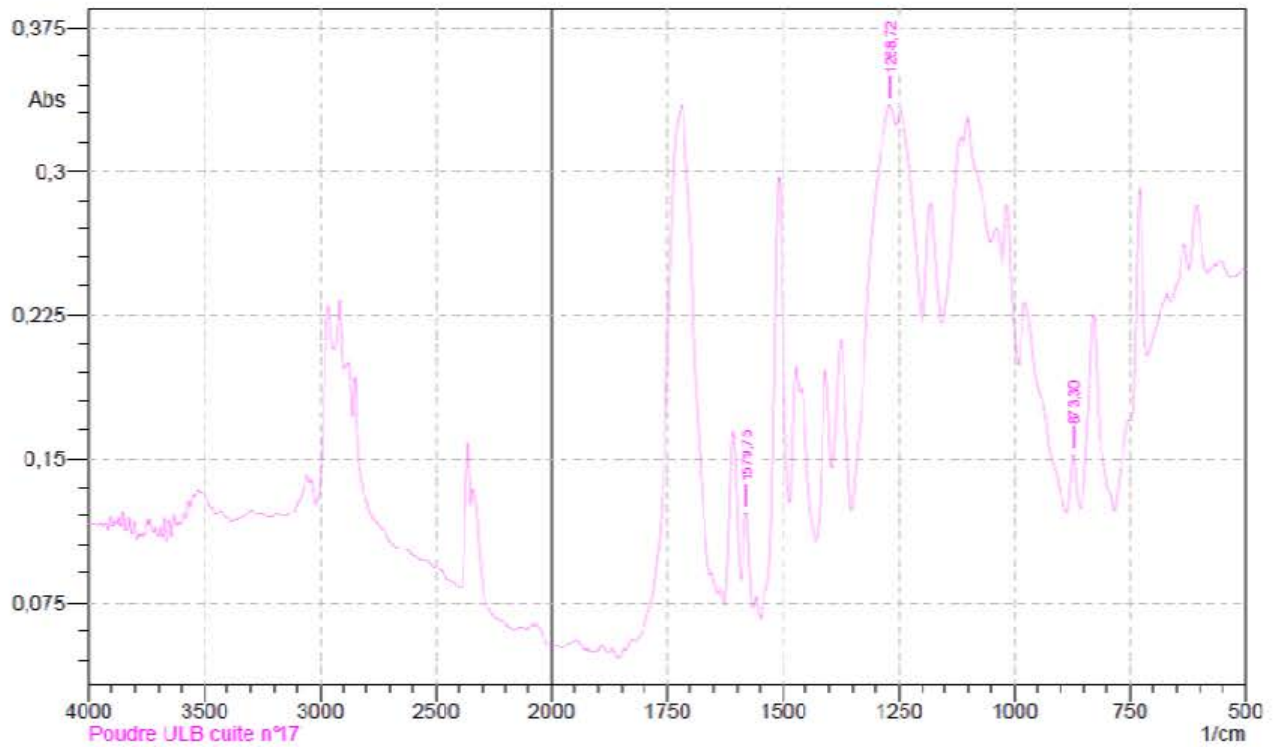


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,154238	0,019904	886,8	858,35	4,053148	0,2338
2	1268,72	0,257384	0,018627	1352,14	1256,67	20,983087	1,585802
3	1579,75	0,151688	0,02853	1590,84	1566,25	3,360999	0,317018

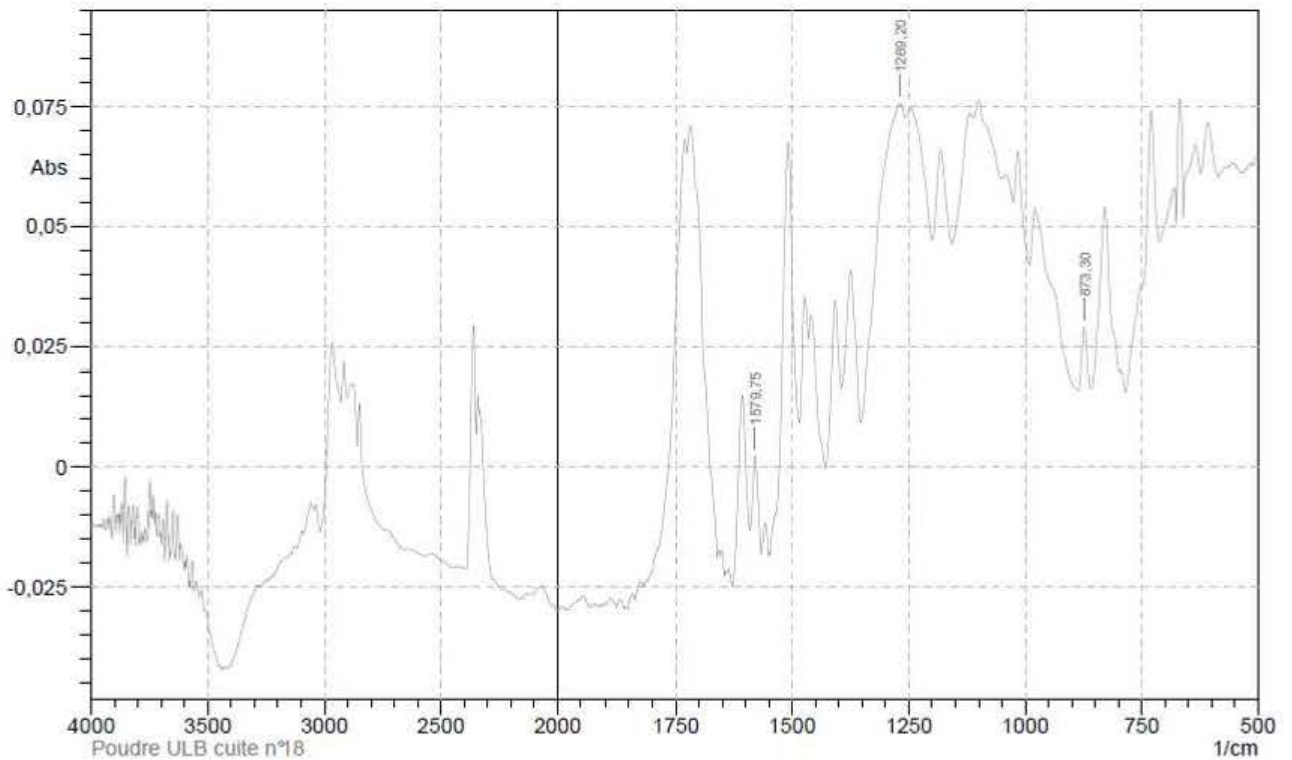


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,146337	0,033523	886,32	857,39	3,694824	0,429463
2	1268,21	0,352793	0,040856	1352,63	1256,67	24,636572	3,341681
3	1579,75	0,101587	0,05161	1590,84	1563,84	1,942673	0,652367

ANNEXES

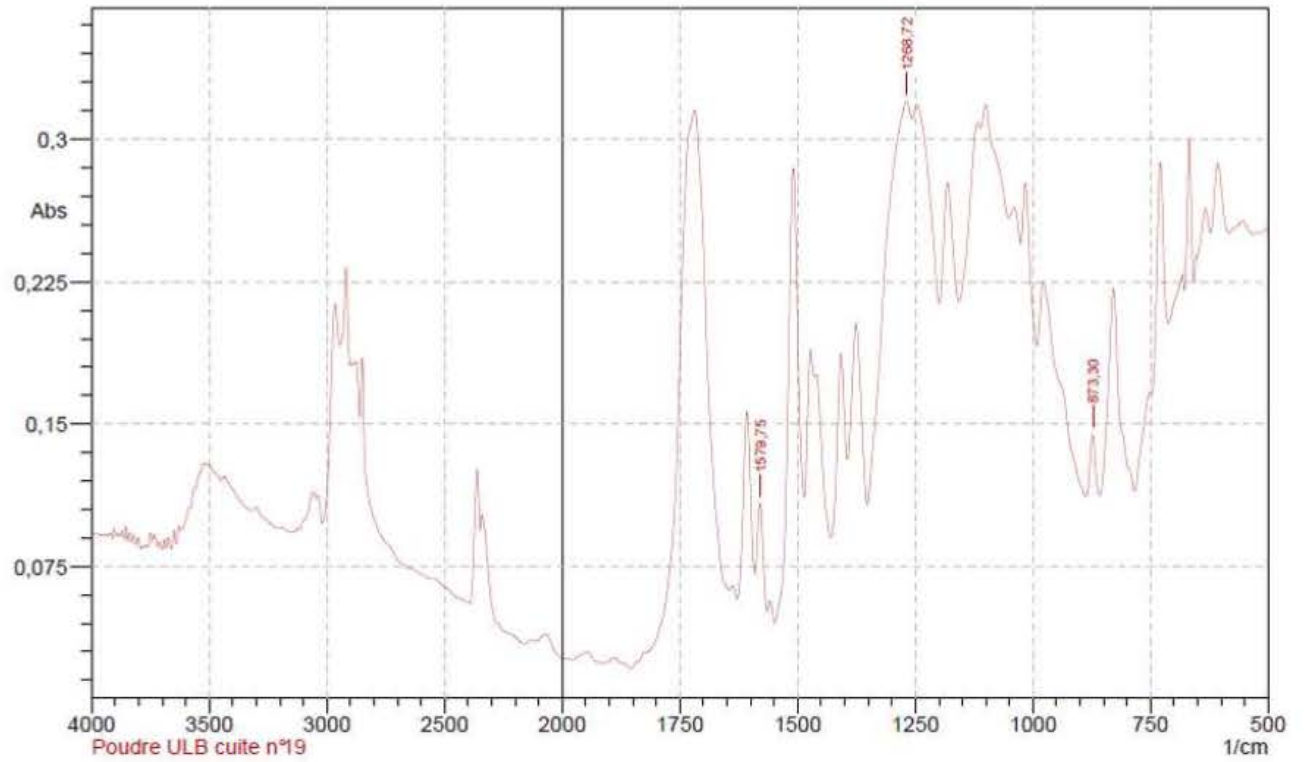


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,151762	0,028579	886,8	858,35	3,868579	0,362167
2	1268,72	0,335079	0,036073	1352,14	1256,67	24,34367	2,973975
3	1579,75	0,12166	0,041208	1590,84	1565,29	2,542445	0,51165

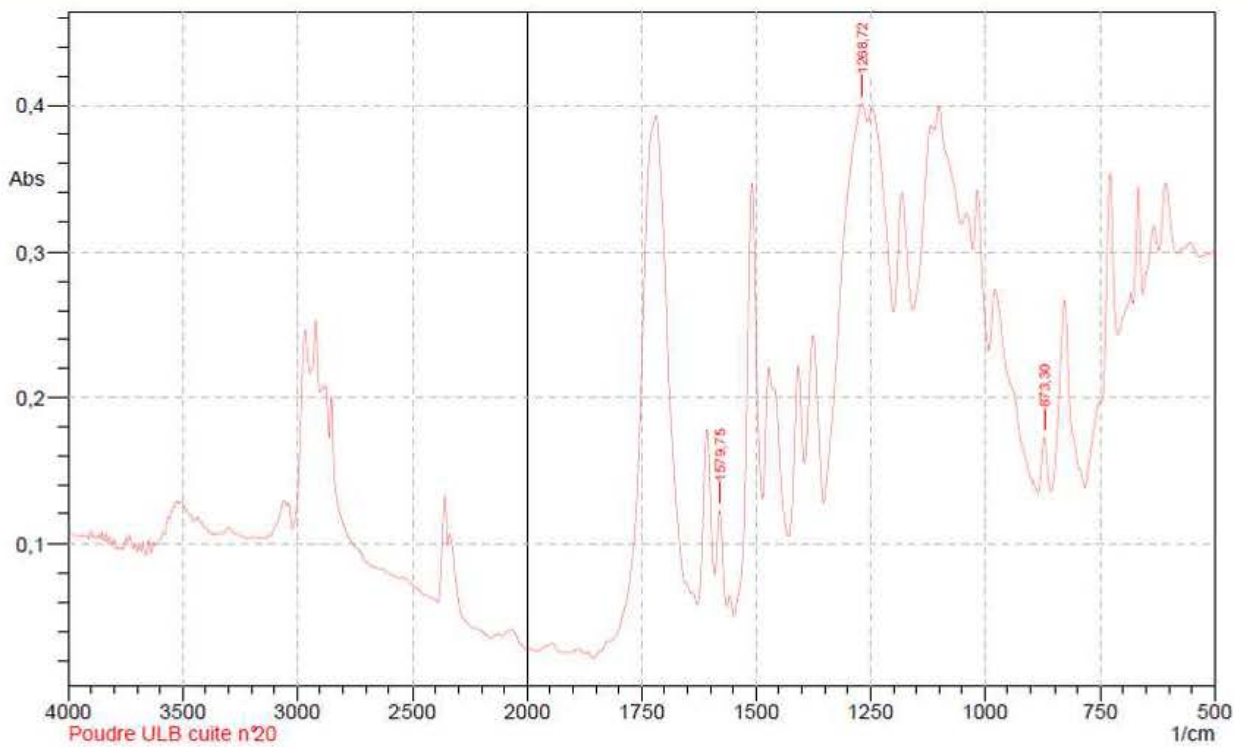


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,028784	0,012551	886,8	858,83	0,603717	0,149394
2	1269,2	0,07561	0,011262	1353,11	1256,67	5,064809	1,120584
3	1579,75	0,002403	0,017992	1590,84	1566,73	-0,159407	0,22159

ANNEXES

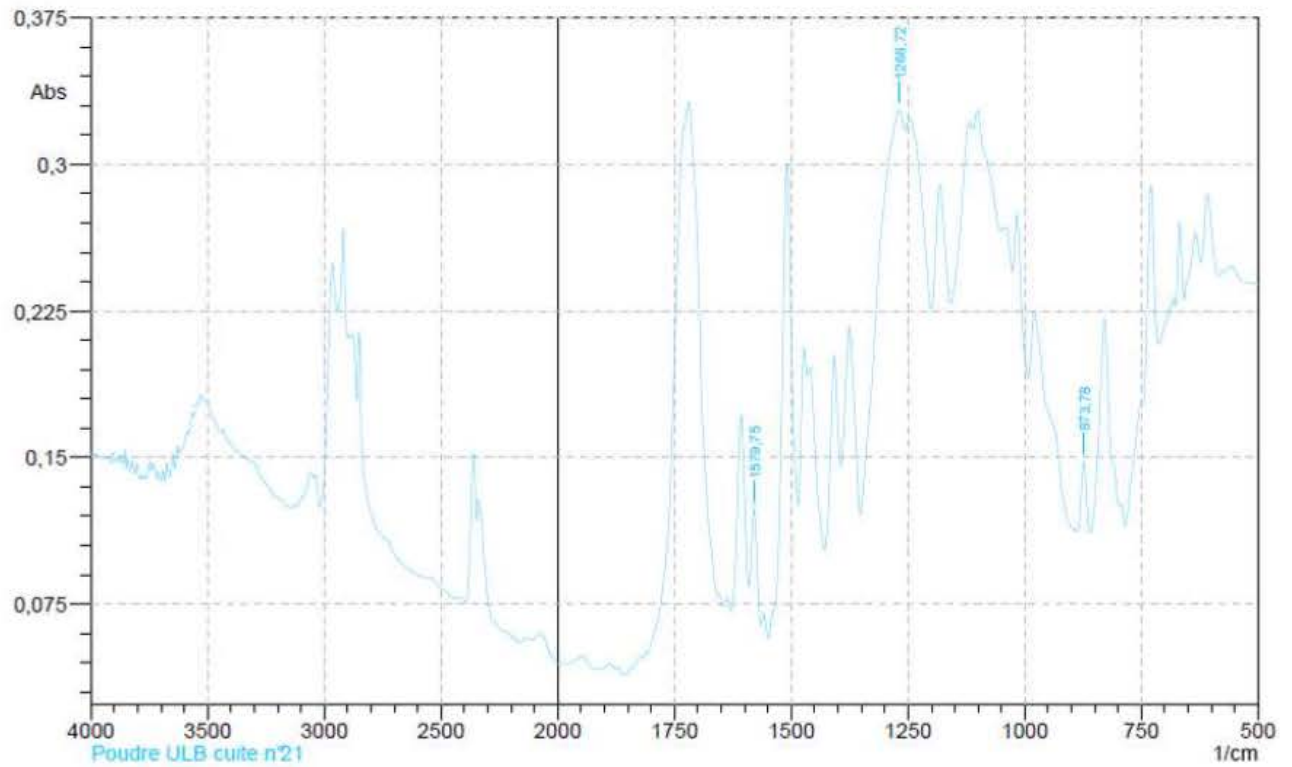


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,1444	0,0324	887,28	858,35	3,6444	0,403
2	1268,72	0,3198	0,0344	1352,14	1256,67	23,1195	3,129
3	1579,75	0,1081	0,0451	1590,84	1564,8	2,1571	0,5562

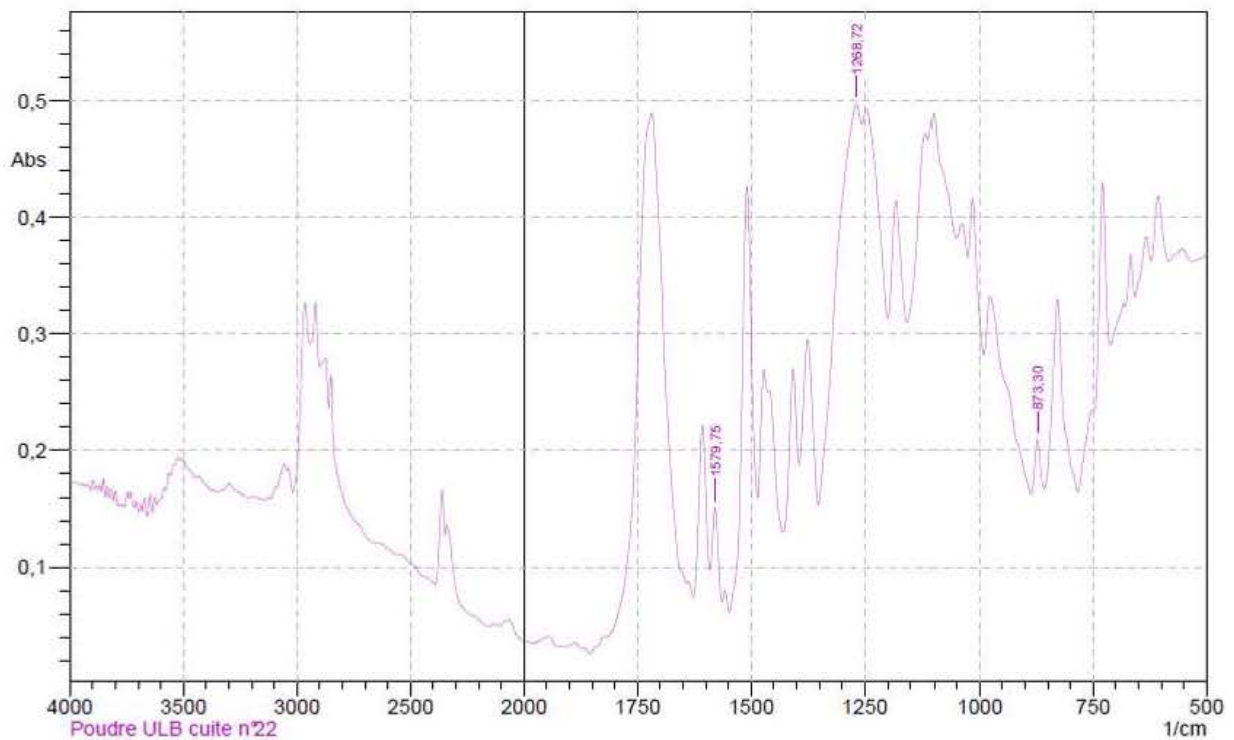


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,1726	0,0376	886,8	858,35	4,3211	0,4771
2	1268,72	0,4011	0,0453	1352,14	1256,67	28,3361	3,6854
3	1579,75	0,1218	0,0518	1590,84	1564,32	2,4602	0,652

ANNEXES

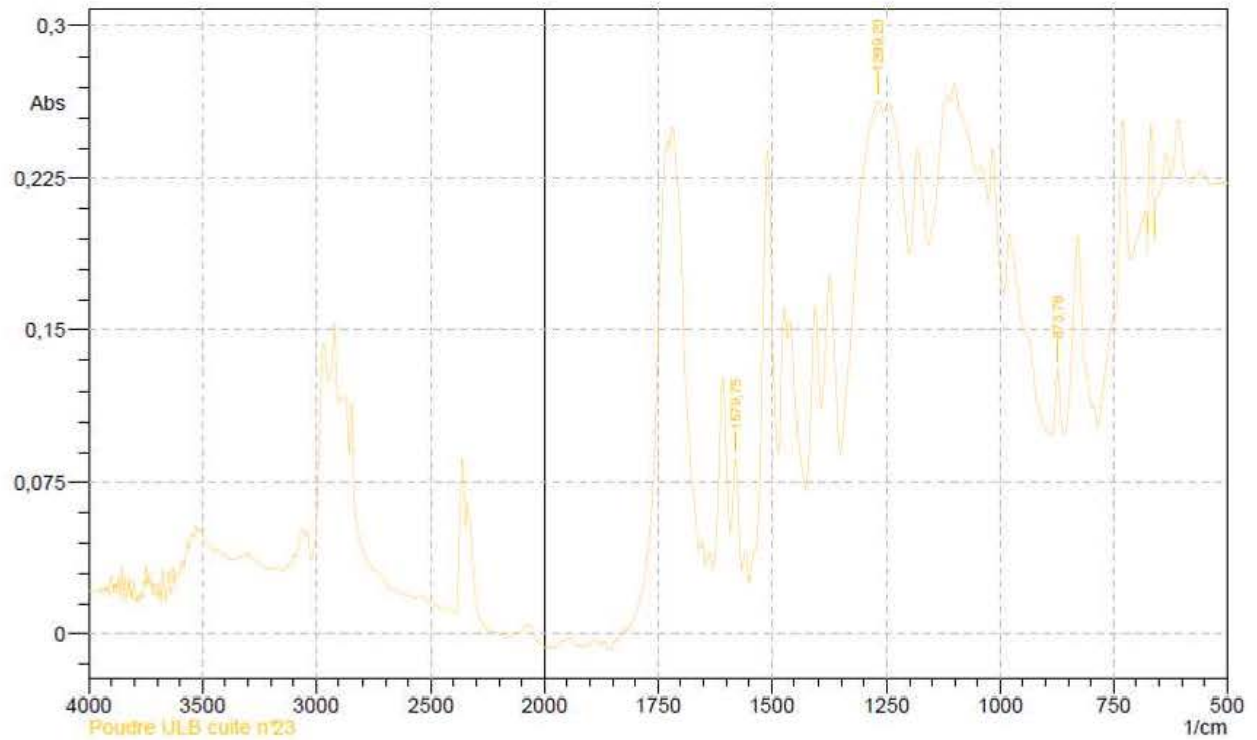


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,14786	0,035934	888,25	859,32	3,673658	0,435261
2	1268,72	0,327518	0,034733	1352,14	1256,67	23,969597	3,007805
3	1579,75	0,123195	0,047591	1590,84	1565,29	2,481057	0,581729

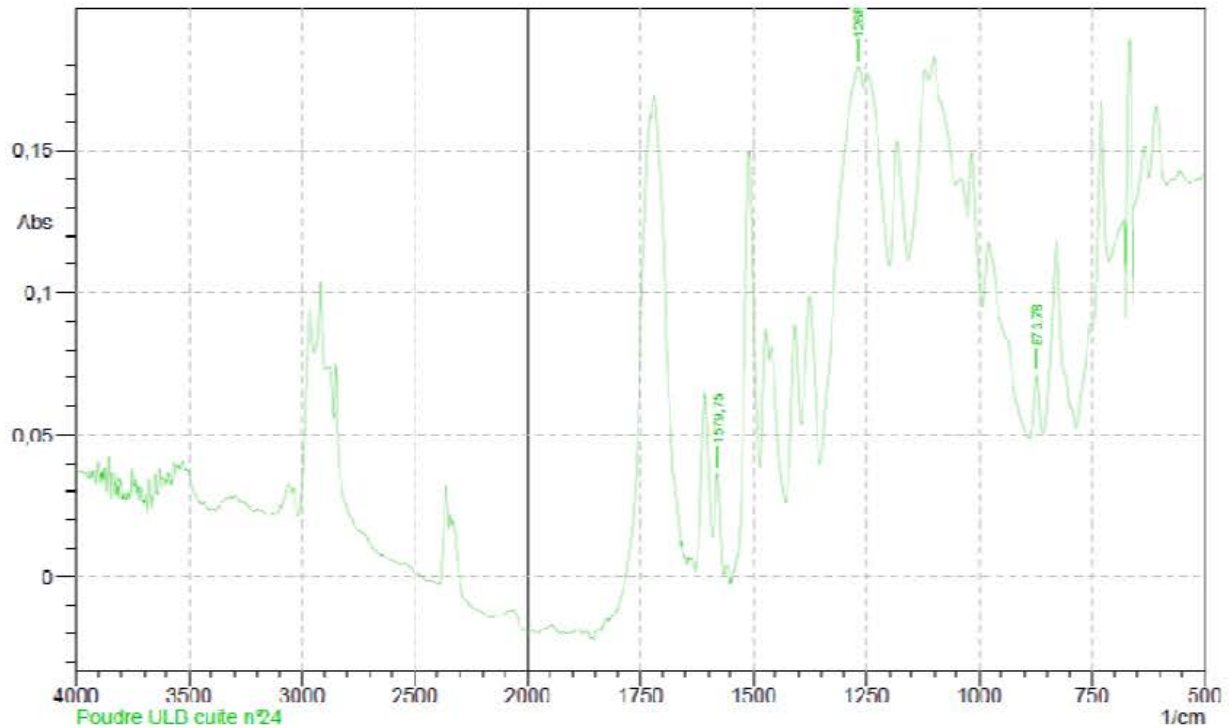


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,208459	0,044565	886,8	857,87	5,312003	0,566304
2	1268,72	0,496837	0,058164	1352,14	1256,67	34,643523	4,391925
3	1579,75	0,150988	0,064947	1590,84	1564,32	3,046251	0,823306

ANNEXES

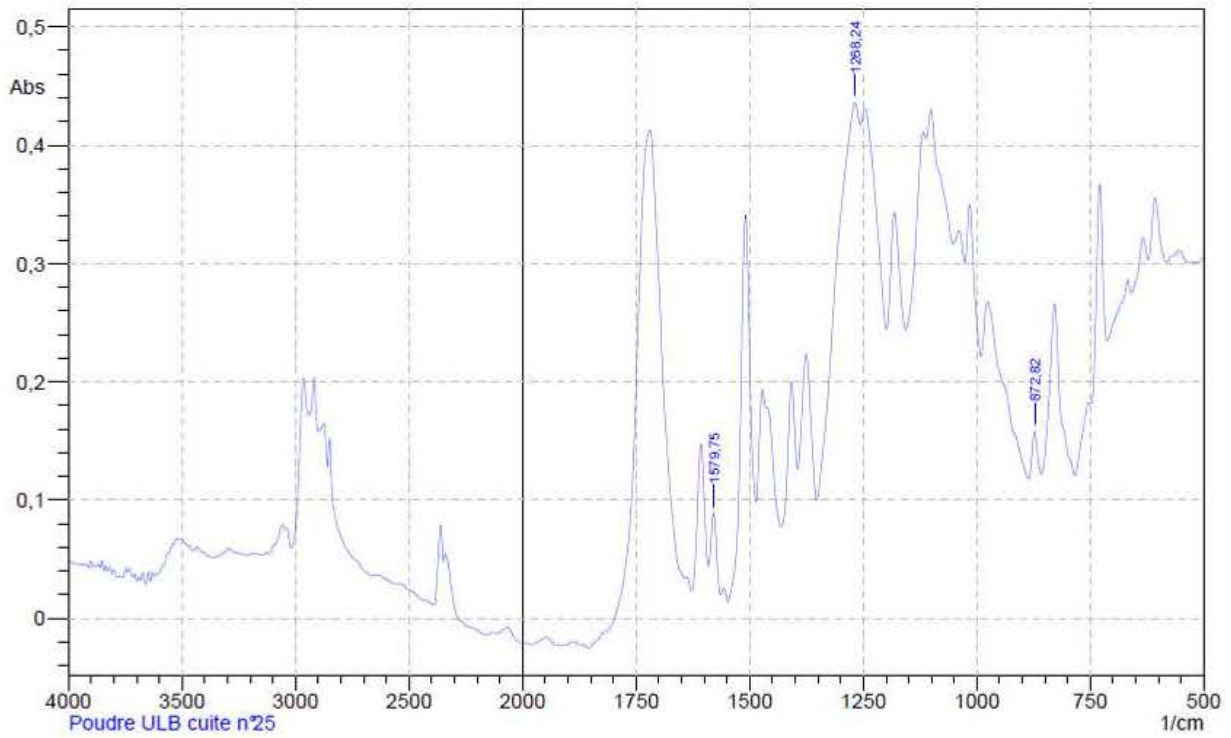


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,130584	0,03224	887,77	859,32	3,182723	0,384381
2	1269,2	0,262996	0,027099	1352,63	1257,15	19,183295	2,62349
3	1579,75	0,086388	0,044013	1590,84	1568,18	1,478777	0,52217

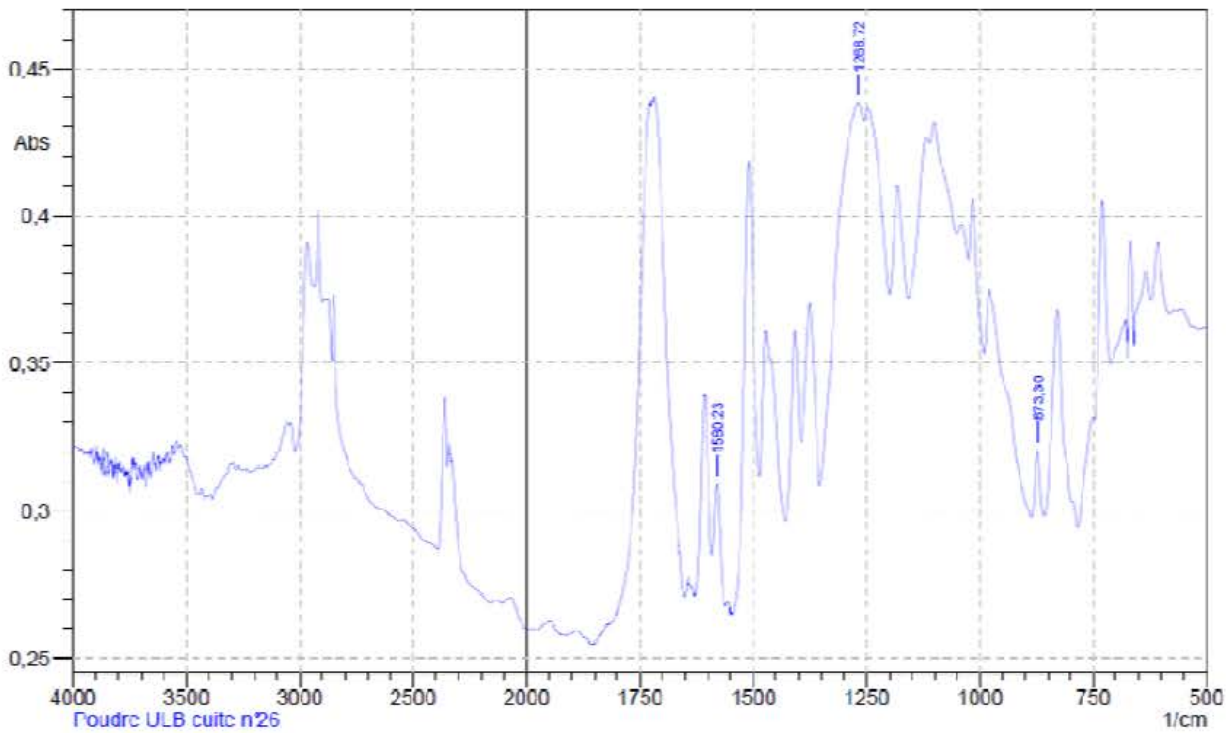


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,0706	0,0213	887,28	858,83	1,6671	0,2516
2	1268,24	0,1791	0,0231	1353,11	1256,67	12,1232	1,9279
3	1579,75	0,0363	0,0279	1590,04	1560,10	0,5135	0,3257

ANNEXES

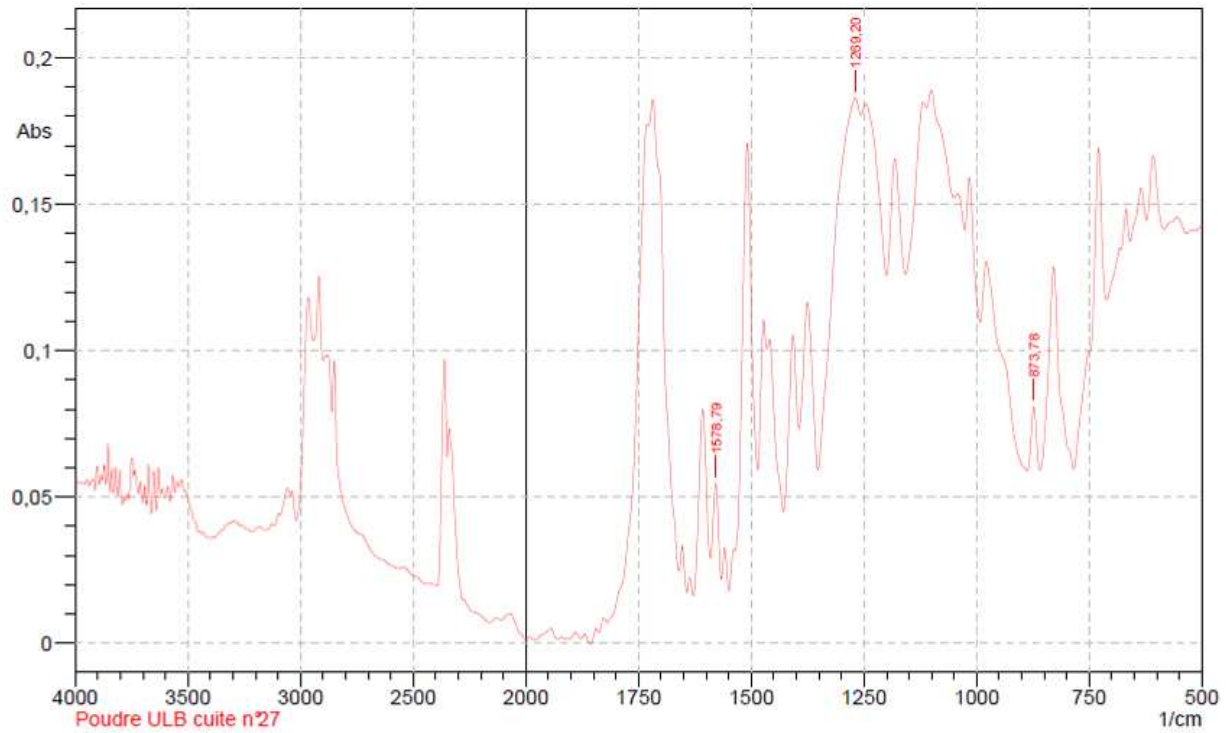


No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,157907	0,038048	886,32	857,87	3,898678	0,485337
2	1268,24	0,43583	0,056971	1352,14	1256,67	28,374583	3,688547
3	1579,75	0,088526	0,054514	1590,84	1563,84	1,549168	0,688409



No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,320718	0,022672	886,8	858,35	8,750914	0,270962
2	1260,72	0,430660	0,02172	1352,03	1256,67	37,663691	2,100603
3	1580,23	0,309184	0,02931	1590,84	1568,66	6,541423	0,337901

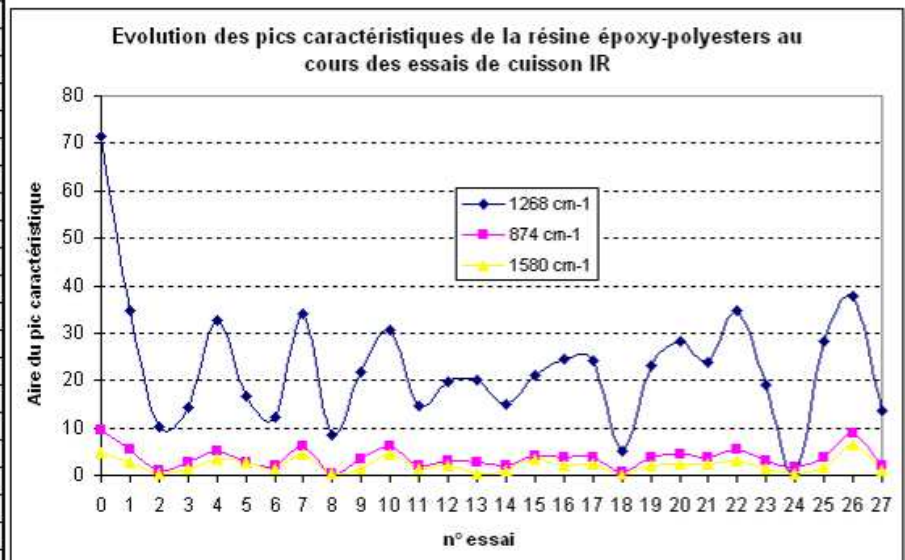
ANNEXES



No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,78	0,080846	0,021799	888,25	859,32	1,98562	0,277197
2	1269,2	0,186284	0,021793	1352,14	1256,67	13,500673	2,059119
3	1578,79	0,054572	0,028985	1590,84	1566,73	0,965307	0,348381

⇒ Les aires des pics caractéristiques des spectres IR de la poudre LB700 vert 674

Essai de	Aires des pics IR		
	1268 cm-1	874 cm-1	1580 cm-1
0	71,44	9,46	4,92
1	34,62	5,37	2,78
2	10,32	1,1	0,28
3	14,15	2,77	1,49
4	32,82	5,23	3,29
5	16,52	2,83	2,66
6	12,15	1,97	1,24
7	33,99	6,03	4,44
8	8,35	0,36	0,47
9	21,87	3,44	1,44
10	30,62	6,21	4,27
11	14,68	2,15	1,41
12	19,59	3,03	2,07
13	20,25	2,61	0,22
14	14,84	2,09	0,9
15	20,98	4,05	3,36
16	24,64	3,69	1,94
17	24,34	3,87	2,54
18	5,06	0,6	0,16
19	23,12	3,64	2,16
20	28,34	4,32	2,46
21	23,97	3,67	2,48
22	34,64	5,31	3,05
23	19,18	3,18	1,48
24	12,12	1,66	0,51
25	28,37	3,9	1,55
26	37,66	8,75	6,54
27	13,5	1,99	0,96
	Epoxydes		Polysters



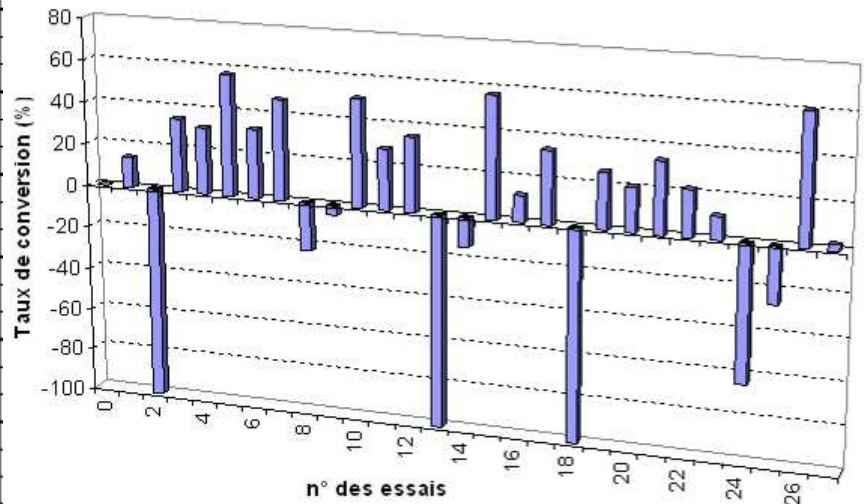
ANNEXES

⇒ Tableaux des effets des facteurs de la cuisson sur le taux de conversion :

Résultats taux de conversion FTIR:

Essais	carac.: 1268 cm-1 (Epoxy)	ref.: 1580 cm-1 (Polyesters)	Taux de conversion (%)
0	71,44	4,92	0,000
1	34,62	2,78	14,236
2	10,32	0,28	-153,831
3	14,15	1,49	34,598
4	32,82	3,29	31,298
5	16,52	2,66	57,229
6	12,15	1,24	32,520
7	33,99	4,44	47,278
8	8,35	0,47	-22,352
9	21,87	1,44	-4,595
10	30,62	4,27	50,614
11	14,68	1,41	28,298
12	19,59	2,07	34,824
13	20,25	0,22	-533,908
14	14,84	0,9	-13,557
15	20,98	3,36	56,998
16	24,64	1,94	12,529
17	24,34	2,54	34,005
18	5,06	0,16	-117,798
19	23,12	2,16	26,285
20	28,34	2,46	20,661
21	23,97	2,48	33,436
22	34,64	3,05	21,783
23	19,18	1,48	10,750
24	12,12	0,51	-63,665
25	28,37	1,55	-26,052
26	37,66	6,54	60,342
27	13,5	0,96	3,153

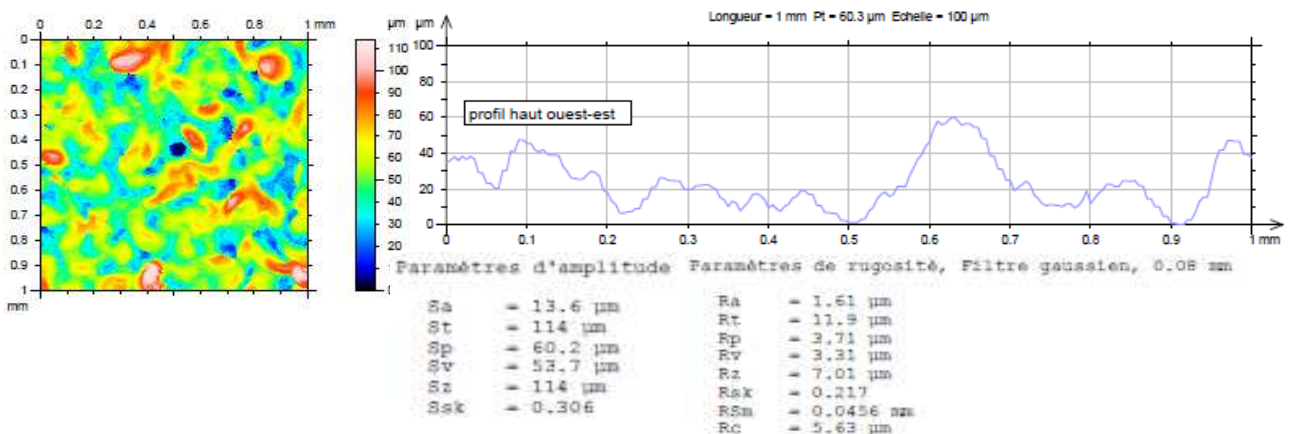
Evolution des taux de conversion de la résine selon les programmes de cuisson IR à ECOFIA



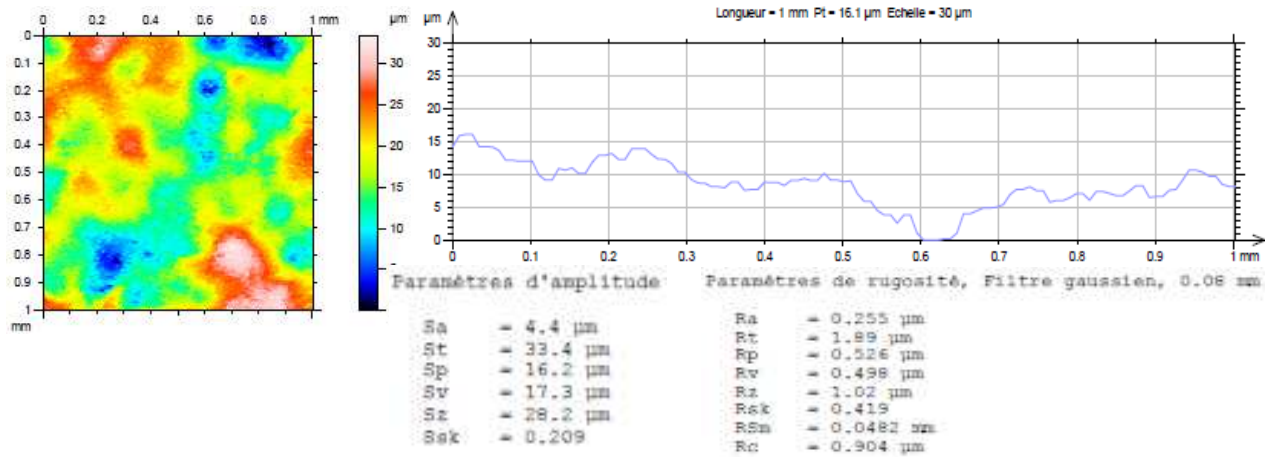
Annexe T.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface

⇒ La cartographie :

Essais	Epaisseur du feuil sec (µm)	Vitesse d'avance IR (m/min)	Puissance lampes IR (%)	Température IR (°C)	Ventilation IR (%)	Nombre de fours IR	Refroidis- sement (%)
1	1	60	30	65	40	2	60
17	2	100	50	60	80	2	80



ANNEXES



⇒ Résumé des paramètres d'amplitude et de rugosité :

Paramètres de l'analyse:

2 surfaces de 1,003x1,003mm
 tête n°1: 350 μm - 11nm
 ajustement en milieu de gamme
 fréquence d'échantillonnage: 30Hz
 intensité: 99
 pas: 8,5 μm
 vitesse de mesure: 100 $\mu\text{m/s}$
 vitesse de retour: 2mm/s
 filtre gaussien: 0,08 mm
 cut off: 2,5 μm

Paramètres de l'analyse:

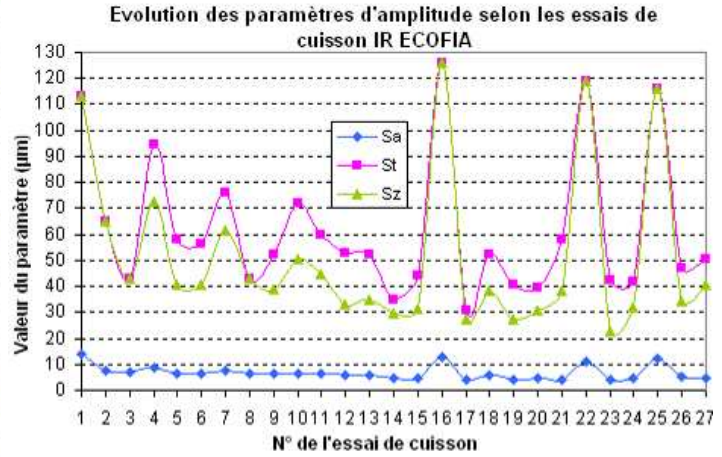
Sa: moyenne arithmétique des écarts à la moy Cut-off de 0,5 μm
St: hauteur totale de la surface (μm) Filtre gaussien 0,008
Sp: hauteur de la plus haute saillie de la surface (μm)
Sv: profondeur de la plus profonde vallée de la surface (μm)
Sz: hauteur des 10 points de la surface (μm)
 (Moyenne de la distance entre les 5 plus grands pics et les 5 plus profonds creux)
Ssk: Symétrie de la courbe de distribution des profondeurs
 (>0 si plus de pics, <0 si plus de vallées profondes et fines)

Définitions des paramètres étudiés:

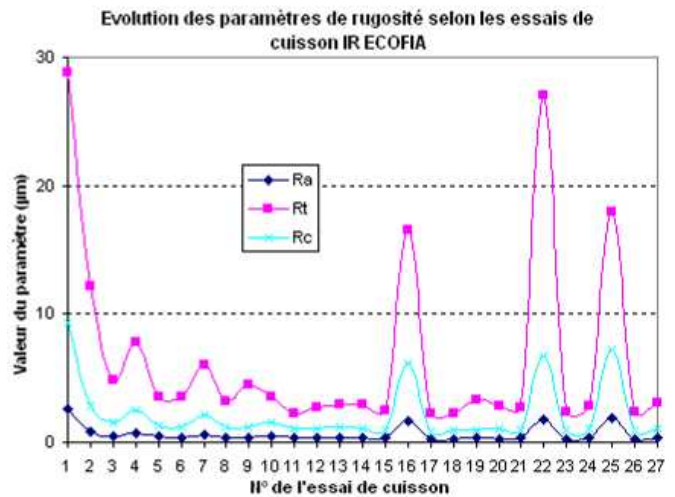
Ra: moyenne arithmétique des écarts à la moyenne (μm)
Rt: hauteur totale du profil sur la longueur d'évaluation (μm)
Rp: hauteur maximale des pics du profil, à l'intérieur d'une longueur de base (μm)
Rv: profondeur maximale des creux du profil, à l'intérieur d'une longueur de base (μm)
Rz: hauteur maximale du profil, à l'intérieur d'une longueur de base (μm)
Rsk: facteur d'asymétrie (>0 si plus de pics, <0 si plus de vallées)
RSm: largeur moyenne des éléments du profil, à l'intérieur d'une longueur de base (mm)
Rc: hauteur moyenne des éléments du profil, à l'intérieur d'une longueur de base (μm)

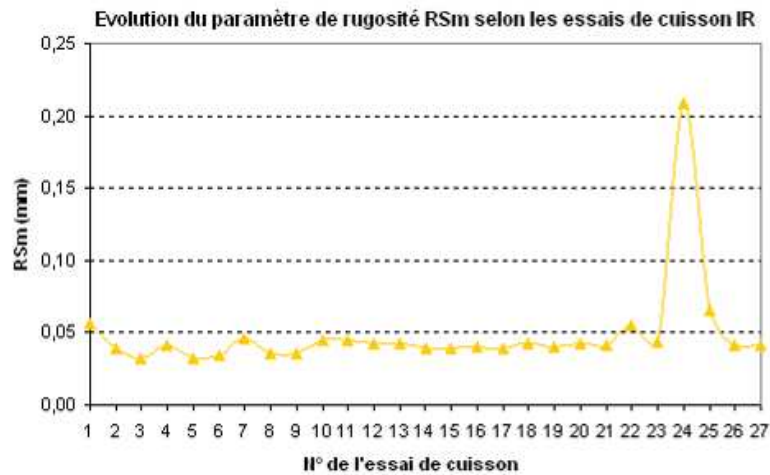
ANNEXES

Essai de cuisson	Paramètres d'amplitude		
	Sa	St	Sz
1	13,90	113,00	113,00
2	7,59	65,05	65,05
3	7,06	42,90	42,90
4	8,73	94,50	72,60
5	6,25	58,20	40,50
6	6,55	56,15	40,55
7	7,45	76,15	61,75
8	6,45	43,15	43,15
9	6,12	52,10	38,65
10	6,57	71,90	50,50
11	6,26	59,50	44,50
12	5,58	53,00	32,85
13	5,71	52,45	34,65
14	4,86	34,95	29,65
15	4,76	44,10	31,10
16	12,70	126,00	126,00
17	4,22	31,00	27,25
18	5,55	52,00	38,45
19	3,94	40,80	27,10
20	4,86	39,25	30,85
21	4,14	58,05	38,55
22	10,85	119,00	119,00
23	4,26	42,20	22,75
24	4,57	41,85	31,65
25	12,20	116,00	116,00
26	5,05	46,95	34,05
27	4,84	50,30	40,65
	5,71	45,90	36,74



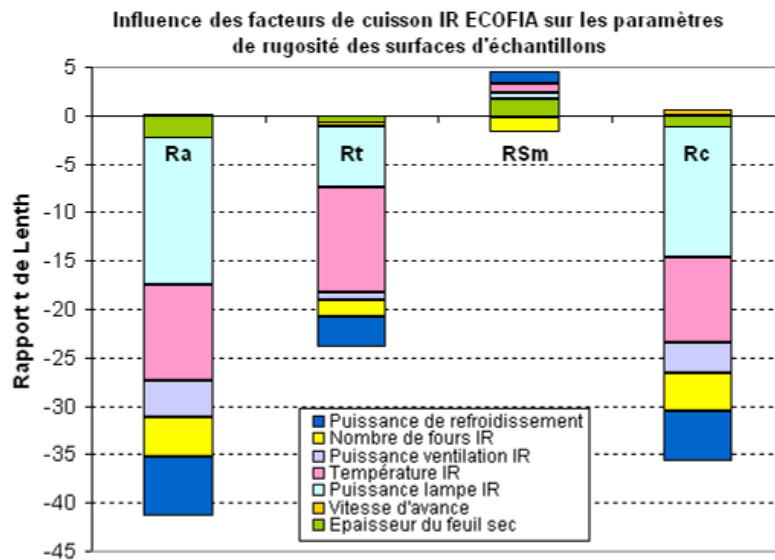
Essai de cuisson	Paramètres de rugosité			
	Ra	Rt	RSm	Rc
1	2,620	28,867	0,056	9,275
2	0,775	12,125	0,039	2,823
3	0,484	4,800	0,032	1,542
4	0,746	7,800	0,042	2,485
5	0,415	3,518	0,032	1,350
6	0,363	3,542	0,035	1,154
7	0,607	6,033	0,046	2,140
8	0,369	3,240	0,036	1,190
9	0,332	4,497	0,035	1,186
10	0,437	3,553	0,044	1,558
11	0,301	2,283	0,044	1,106
12	0,312	2,707	0,043	1,093
13	0,330	2,973	0,043	1,138
14	0,323	2,932	0,039	1,113
15	0,309	2,513	0,038	1,001
16	1,647	16,537	0,040	6,177
17	0,263	2,278	0,039	0,877
18	0,273	2,252	0,042	0,976
19	0,298	3,272	0,041	0,987
20	0,294	2,820	0,043	1,045
21	0,298	2,707	0,042	0,982
22	1,752	27,083	0,055	6,708
23	0,271	2,367	0,043	0,916
24	0,305	2,843	0,209	1,042
25	1,833	18,002	0,066	7,225
26	0,280	2,387	0,041	0,923
27	0,308	3,120	0,041	1,069
	0,378	3,412	0,040	1,194



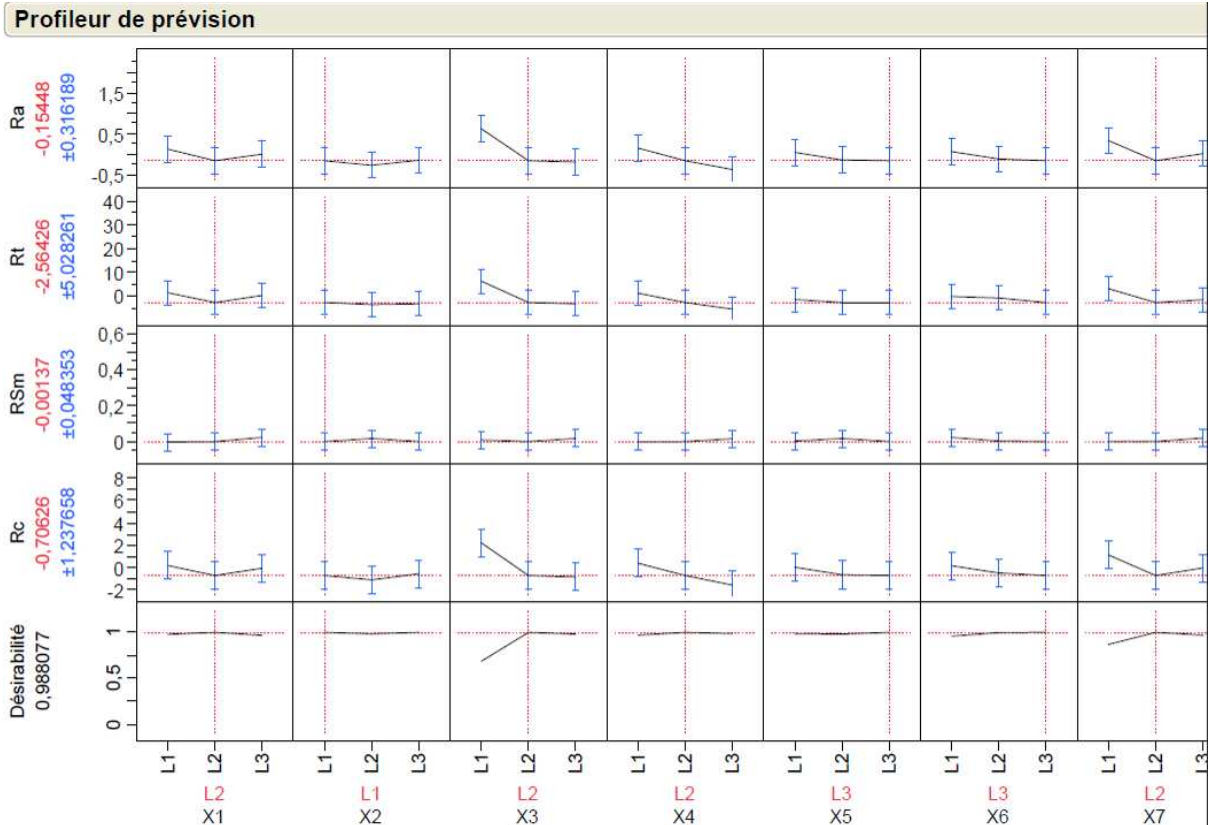


⇒ Criblage sur les paramètres de rugosité:

Influence des facteurs de cuisson:



Essai de cuisson	Ra 1	Ra 2	Ra 3	Rt 1	Rt 2	Rt 3	RSm 1	RSm 2	RSm 3	Rc 1	Rc 2	Rc 3
1	1,950	2,980	2,930	14,150	39,400	33,050	0,051	0,052	0,064	6,870	10,115	10,840
2	1,068	0,589	0,670	21,900	4,905	9,570	0,037	0,039	0,040	4,550	1,865	2,055
3	0,485	0,522	0,444	4,655	4,925	4,820	0,033	0,034	0,029	1,615	1,645	1,365
4	0,858	0,725	0,655	10,885	6,835	5,680	0,044	0,044	0,037	3,005	2,430	2,020
5	0,420	0,427	0,400	3,695	3,110	3,750	0,030	0,034	0,033	1,275	1,455	1,320
6	0,377	0,366	0,346	4,545	3,110	2,970	0,035	0,037	0,033	1,330	1,095	1,036
7	0,612	0,643	0,566	6,190	7,070	4,640	0,042	0,049	0,048	2,175	2,310	1,935
8	0,360	0,334	0,412	2,855	3,290	3,575	0,034	0,034	0,039	1,150	1,090	1,330
9	0,321	0,331	0,345	7,040	2,665	3,785	0,033	0,036	0,037	1,205	1,007	1,345
10	0,519	0,410	0,382	4,315	3,060	3,285	0,047	0,042	0,044	1,865	1,465	1,345
11	0,337	0,268	0,298	2,680	1,950	2,220	0,046	0,045	0,043	1,210	0,993	1,115
12	0,294	0,327	0,316	2,405	2,995	2,720	0,040	0,038	0,050	1,018	1,085	1,175
13	0,305	0,346	0,341	2,735	2,900	3,285	0,045	0,043	0,040	1,090	1,235	1,088
14	0,344	0,327	0,299	2,685	3,495	2,615	0,036	0,041	0,040	1,068	1,249	1,023
15	0,289	0,308	0,332	1,980	2,700	2,860	0,043	0,040	0,033	0,933	1,005	1,066
16	1,825	1,595	1,520	20,600	16,150	12,860	0,002	0,057	0,061	6,620	6,095	5,815
17	0,294	0,271	0,224	2,295	2,700	1,840	0,044	0,039	0,034	1,037	0,891	0,702
18	0,301	0,266	0,252	2,460	2,280	2,015	0,046	0,042	0,039	1,110	0,998	0,820
19	0,385	0,268	0,240	5,505	2,110	2,200	0,043	0,041	0,038	1,300	0,851	0,810
20	0,275	0,284	0,323	2,550	2,305	3,605	0,046	0,039	0,043	1,090	0,964	1,080
21	0,281	0,266	0,347	3,120	2,015	2,985	0,043	0,043	0,039	0,959	0,897	1,090
22	1,750	1,505	2,000	19,650	20,900	40,700	0,053	0,052	0,060	5,950	5,590	8,585
23	0,271	0,315	0,228	2,185	3,265	1,650	0,040	0,043	0,047	0,889	1,080	0,779
24	0,306	0,295	0,315	2,580	2,220	3,730	0,043	0,042	0,542	1,060	1,001	1,066
25	1,715	2,125	1,660	16,600	25,400	12,005	0,067	0,067	0,063	6,735	8,905	6,035
26	0,218	0,285	0,337	2,290	2,020	2,850	0,041	0,044	0,038	0,760	0,919	1,090
27	0,296	0,322	0,305	2,280	2,860	4,220	0,046	0,038	0,040	1,050	1,027	1,130
min		0,218			1,65			0,0016			0,02935	
max		2,980			40,700			0,542			10,115	



Annexe T.7. Criblage des essais de cuisson IR Ecofia

Somme de carrés séquentielle
Criblage pour Y1
Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X3	-0,589692	-9,03	<,0001*	<,0001*
X6	-0,166323	-2,55	0,0154*	0,5742
X1	-0,151203	-2,32	0,0251*	0,7423
X4	0,136083	2,08	0,0409*	0,8969
X7	0,136083	2,08	0,0409*	0,8969
X5	0,120962	1,85	0,0680	0,9765
X2	0,060481	0,93	0,3505	1,0000
X3*X3	0,026189	0,40	0,6873	1,0000
X3*X6	0,111111	1,70	0,0931	0,9943
X6*X6	-0,078567	-1,20	0,2261	1,0000
X3*X1	-0,259259	-3,97	0,0006*	0,0347*
X6*X1	-0,105409	-1,61	0,1097	0,9980
X1*X1	9,067e-16	0,00	1,0000	1,0000
X3*X4	0,160066	2,45	0,0185*	0,6333
X6*X4	0,012346	0,19	0,8527	1,0000
X1*X4	-0,012346	-0,19	0,8527	1,0000
X4*X4	-0,078567	-1,20	0,2261	1,0000
X3*X7	0,096027	1,47	0,1423	0,9999
X6*X7	-0,075602	-1,16	0,2463	1,0000
X3*X5	0,200783	3,08	0,0056*	0,2407
X1*X5	0,015120	0,23	0,8182	1,0000
X7*X5	0,165865	2,54	0,0155*	0,5773
X6*X2	-0,155526	-2,38	0,0217*	0,6897
X1*X2	-0,045361	-0,69	0,4817	1,0000
X4*X2	-0,175812	-2,69	0,0120*	0,4742
X3*X3*X6	0,030241	0,46	0,6403	1,0000

Criblage pour Y2

Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X3	0,113402	21,65	<.0001*	<.0001*
X4	0,065017	12,41	<.0001*	<.0001*
X6	0,065017	12,41	<.0001*	<.0001*
X1	-0,063505	-12,12	<.0001*	<.0001*
X7	0,057457	10,97	<.0001*	<.0001*
X2	-0,037801	-7,22	<.0001*	<.0001*
X5	-0,006048	-1,15	0,2593	1,0000
X3*X3	-0,061981	-11,83	<.0001*	<.0001*
X3*X4	-0,077778	-14,85	<.0001*	<.0001*
X4*X4	0,011349	2,17	0,0357*	0,8471
X3*X6	0,009259	1,77	0,0878	0,9870
X4*X6	-0,031623	-6,04	<.0001*	0,0003*
X6*X6	-0,025316	-4,83	0,0002*	0,0042*
X3*X1	-0,008589	-1,64	0,1135	0,9974
X4*X1	0,010494	2,00	0,0519	0,9278
X6*X1	-0,003704	-0,71	0,4842	1,0000
X1*X1	0,003492	0,67	0,5159	1,0000
X3*X7	0,007857	1,50	0,1450	0,9998
X6*X7	0,025705	4,91	0,0001*	0,0036*
X3*X2	0,025076	4,79	0,0002*	0,0046*
X4*X2	-0,000801	-0,15	0,8821	1,0000
X6*X2	0,000347	0,07	0,9498	1,0000
X1*X2	-0,011028	-2,11	0,0409*	0,8811
X7*X2	-0,023294	-4,45	0,0003*	0,0101*
X3*X5	-0,001309	-0,25	0,8049	1,0000
X3*X3*X6	-0,010584	-2,02	0,0499*	0,9212

Criblage pour Y3

Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X3	0,347767	9,80	<.0001*	<.0001*
X6	0,181444	5,11	<.0001*	0,0018*
X5	-0,120962	-3,41	0,0022*	0,1245
X2	-0,105842	-2,98	0,0074*	0,2914
X4	-0,015120	-0,43	0,6743	1,0000
X7	-0,015120	-0,43	0,6743	1,0000
X1	1,277e-15	0,00	1,0000	1,0000
X3*X3	-0,061108	-1,72	0,0888	0,9933
X3*X6	0,018519	0,52	0,6034	1,0000
X6*X6	-0,034919	-0,98	0,3203	1,0000
X3*X5	-0,006173	-0,17	0,8662	1,0000
X3*X2	-0,055556	-1,57	0,1218	0,9991
X6*X2	-0,011712	-0,33	0,7486	1,0000
X5*X2	0,058561	1,65	0,1018	0,9967
X2*X2	-0,061108	-1,72	0,0888	0,9933
X3*X4	0,058561	1,65	0,1018	0,9967
X6*X4	-0,044897	-1,26	0,2077	1,0000
X5*X4	-0,092593	-2,61	0,0131*	0,5302
X2*X4	-0,068041	-1,92	0,0594	0,9579
X3*X7	0,026189	0,74	0,4523	1,0000
X6*X7	-0,078567	-2,21	0,0317*	0,8165
X5*X7	-0,075602	-2,13	0,0377*	0,8668
X6*X1	0,087906	2,48	0,0170*	0,6084
X2*X1	0,045361	1,28	0,2025	1,0000
X4*X1	-0,006762	-0,19	0,8551	1,0000
X3*X3*X6	-0,105842	-2,98	0,0074*	0,2914

Criblage pour Y4

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X5	41,1505		1,4e+15	0,0000*	0,0000*
X6	29,4311		9,8e+14	0,0000*	0,0000*
X4	-25,6353		-9e+14	0,0000*	0,0000*
X7	-17,5334		-6e+14	0,0000*	0,0000*
X3	16,5753		5,5e+14	0,0000*	0,0000*
X2	-4,6540		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X1	2,2807		7,6e+13	0,0000*	0,0000*
X5*X5	-2,9798		-1e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X6	-32,1983		-1e+15	0,0000*	0,0000*
X6*X6	-5,4280		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X4	53,8627	*	1,8e+15	0,0000*	0,0000*
X6*X4	46,0020	*	1,5e+15	0,0000*	0,0000*
X4*X4	-11,0738		-4e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X7	2,1385	*	7,1e+13	0,0000*	0,0000*
X6*X7	-3,3348	*	-1e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X7	3,9032	*	1,3e+14	0,0000*	0,0000*
X7*X7	30,6903		1e+15	0,0000*	0,0000*
X5*X3	-19,0035	*	-6e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X2	18,5764	*	6,2e+14	0,0000*	0,0000*
X6*X2	2,5501	*	8,5e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X2	-5,9832	*	-2e+14	0,0000*	0,0000*
X3*X2	10,5918	*	3,5e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X1	-8,6948	*	-3e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X1	-7,8278	*	-3e+14	0,0000*	0,0000*
X2*X1	30,0276	*	1e+15	0,0000*	0,0000*
X5*X5*X6	-1,2356	*	-4e+13	0,0000*	0,0000*

Criblage pour Y5

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X3	-0,330379		-19,17	<,0001*	<,0001*
X4	-0,213045		-12,36	<,0001*	<,0001*
X7	-0,131547		-7,63	<,0001*	<,0001*
X6	-0,089361		-5,18	<,0001*	0,0021*
X5	-0,081498		-4,73	0,0001*	0,0061*
X1	-0,048234		-2,80	0,0084*	0,4035
X2	0,004234		0,25	0,8148	1,0000
X3*X3	0,175031		10,15	<,0001*	<,0001*
X3*X4	0,270185		15,67	<,0001*	<,0001*
X4*X4	0,019991		1,16	0,2470	1,0000
X3*X7	0,048951	*	2,84	0,0078*	0,3783
X3*X6	0,124815	*	7,24	<,0001*	0,0001*
X4*X6	0,068633	*	3,98	0,0007*	0,0324*
X7*X6	-0,018857	*	-1,09	0,2739	1,0000
X6*X6	0,031514	*	1,83	0,0761	0,9805
X3*X5	0,069877	*	4,05	0,0005*	0,0264*
X4*X5	0,080233	*	4,65	0,0002*	0,0070*
X7*X5	-0,047958	*	-2,78	0,0088*	0,4138
X3*X1	0,035176	*	2,04	0,0499*	0,9156
X4*X1	-0,065393	*	-3,79	0,0010*	0,0508
X7*X1	0,039341	*	2,28	0,0285*	0,7671
X6*X1	-0,082226	*	-4,77	0,0001*	0,0056*
X4*X2	-0,063901	*	-3,71	0,0011*	0,0613
X6*X2	0,032458	*	1,88	0,0678	0,9681
X1*X2	0,084220	*	4,89	0,0001*	0,0043*
X3*X3*X6	-0,003780	*	-0,22	0,8347	1,0000

Annexe T.8. Ajustement selon le critère des moindres carrés - cuisson IR Ecofia

• Adhérence du feuil sec : Y1

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,9382716		0,082901	35,44	<,0001*
X1[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X1[L2]	-0,234568		0,11724	-2,00	0,0495*
X1[L3]	0,3950617		0,11724	3,37	0,0013*
X2[L1]	1,3580247		0,11724	11,58	<,0001*
X2[L2]	-0,530864		0,11724	-4,53	<,0001*
X2[L3]	-0,82716		0,11724	-7,06	<,0001*
X3[L1]	-0,382716		0,11724	-3,26	0,0017*
X3[L2]	0,0987654		0,11724	0,84	0,4026
X3[L3]	0,2839506		0,11724	2,42	0,0182*
X4[L1]	-0,419753		0,11724	-3,58	0,0006*
X4[L2]	0,5061728		0,11724	4,32	<,0001*
X4[L3]	-0,08642		0,11724	-0,74	0,4637
X5[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X5[L2]	0,2839506		0,11724	2,42	0,0182*
X5[L3]	-0,123457		0,11724	-1,05	0,2962
X6[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X6[L2]	-0,308642		0,11724	-2,63	0,0105*
X6[L3]	0,4691358		0,11724	4,00	0,0002*
X7[L1]	-0,345679		0,11724	-2,95	0,0044*
X7[L2]	0,1358025		0,11724	1,16	0,2509
X7[L3]	0,2098765		0,11724	1,79	0,0780

• Résistance à la rayure : Y2

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,4061728		0,014645	27,73	<,0001*
X1[L1]	0,0493827		0,020712	2,38	0,0200*
X1[L2]	0,0049383		0,020712	0,24	0,8123
X1[L3]	-0,054321		0,020712	-2,62	0,0108*
X2[L1]	-0,206173		0,020712	-9,95	<,0001*
X2[L2]	0,1604938		0,020712	7,75	<,0001*
X2[L3]	0,045679		0,020712	2,21	0,0309*
X3[L1]	0,0234568		0,020712	1,13	0,2615
X3[L2]	-0,032099		0,020712	-1,55	0,1260
X3[L3]	0,008642		0,020712	0,42	0,6779
X4[L1]	0,082716		0,020712	3,99	0,0002*
X4[L2]	-0,058025		0,020712	-2,80	0,0067*
X4[L3]	-0,024691		0,020712	-1,19	0,2375
X5[L1]	0,0012346		0,020712	0,06	0,9526
X5[L2]	0,0345679		0,020712	1,67	0,0999
X5[L3]	-0,035802		0,020712	-1,73	0,0886
X6[L1]	-0,035802		0,020712	-1,73	0,0886
X6[L2]	0,0530864		0,020712	2,56	0,0127*
X6[L3]	-0,017284		0,020712	-0,83	0,4070
X7[L1]	0,0308642		0,020712	1,49	0,1409
X7[L2]	0,0160494		0,020712	0,77	0,4412
X7[L3]	-0,046914		0,020712	-2,27	0,0268*

-
-
-

• Résistance à l'acétone : Y3

ANNEXES

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,555556		0,052774	48,42	<,0001*
X1[L1]	0,222222		0,074633	2,98	0,0041*
X1[L2]	-0,333333		0,074633	-4,47	<,0001*
X1[L3]	0,111111		0,074633	1,49	0,1413
X2[L1]	-1,296296		0,074633	-17,37	<,0001*
X2[L2]	0,703703		0,074633	9,43	<,0001*
X2[L3]	0,592592		0,074633	7,94	<,0001*
X3[L1]	0,074074		0,074633	0,99	0,3246
X3[L2]	-0,37037		0,074633	-4,96	<,0001*
X3[L3]	0,296296		0,074633	3,97	0,0002*
X4[L1]	0,296296		0,074633	3,97	0,0002*
X4[L2]	-0,259259		0,074633	-3,47	0,0009*
X4[L3]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214
X5[L1]	0,185185		0,074633	2,48	0,0156*
X5[L2]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214
X5[L3]	-0,148148		0,074633	-1,99	0,0513
X6[L1]	0		0,074633	0,00	1,0000
X6[L2]	0,111111		0,074633	1,49	0,1413
X6[L3]	-0,111111		0,074633	-1,49	0,1413
X7[L1]	0,185185		0,074633	2,48	0,0156*
X7[L2]	-0,148148		0,074633	-1,99	0,0513
X7[L3]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214

• Taux de conversion : Y4

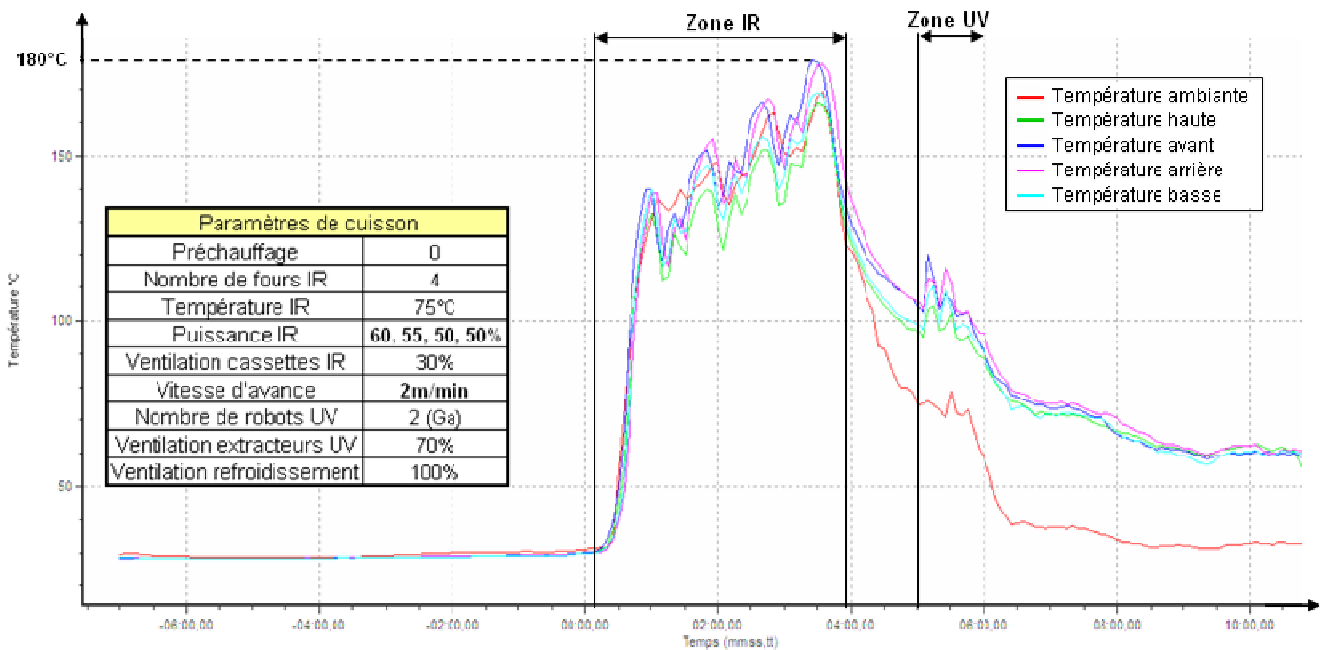
Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	-127,043		47,2657	-2,69	0,0091*
X1[L1]	116,08185		66,8438	1,74	0,0871
X1[L2]	110,41963		66,8438	1,65	0,1033
X1[L3]	-226,5015		66,8438	-3,39	0,0012*
X2[L1]	114,76963		66,8438	1,72	0,0907
X2[L2]	103,39407		66,8438	1,55	0,1267
X2[L3]	-218,1637		66,8438	-3,26	0,0017*
X3[L1]	119,09185		66,8438	1,78	0,0794
X3[L2]	92,924074		66,8438	1,39	0,1691
X3[L3]	-212,0159		66,8438	-3,17	0,0023*
X4[L1]	-235,5781		66,8438	-3,52	0,0008*
X4[L2]	116,67852		66,8438	1,75	0,0855
X4[L3]	118,89963		66,8438	1,78	0,0799
X5[L1]	125,66963		66,8438	1,88	0,0645
X5[L2]	101,49185		66,8438	1,52	0,1337
X5[L3]	-227,1615		66,8438	-3,40	0,0012*
X6[L1]	94,680741		66,8438	1,42	0,1613
X6[L2]	108,69296		66,8438	1,63	0,1087
X6[L3]	-203,3737		66,8438	-3,04	0,0034*
X7[L1]	102,56185		66,8438	1,53	0,1297
X7[L2]	-213,037		66,8438	-3,19	0,0022*
X7[L3]	110,47519		66,8438	1,65	0,1031

-
-
-
-
-
-

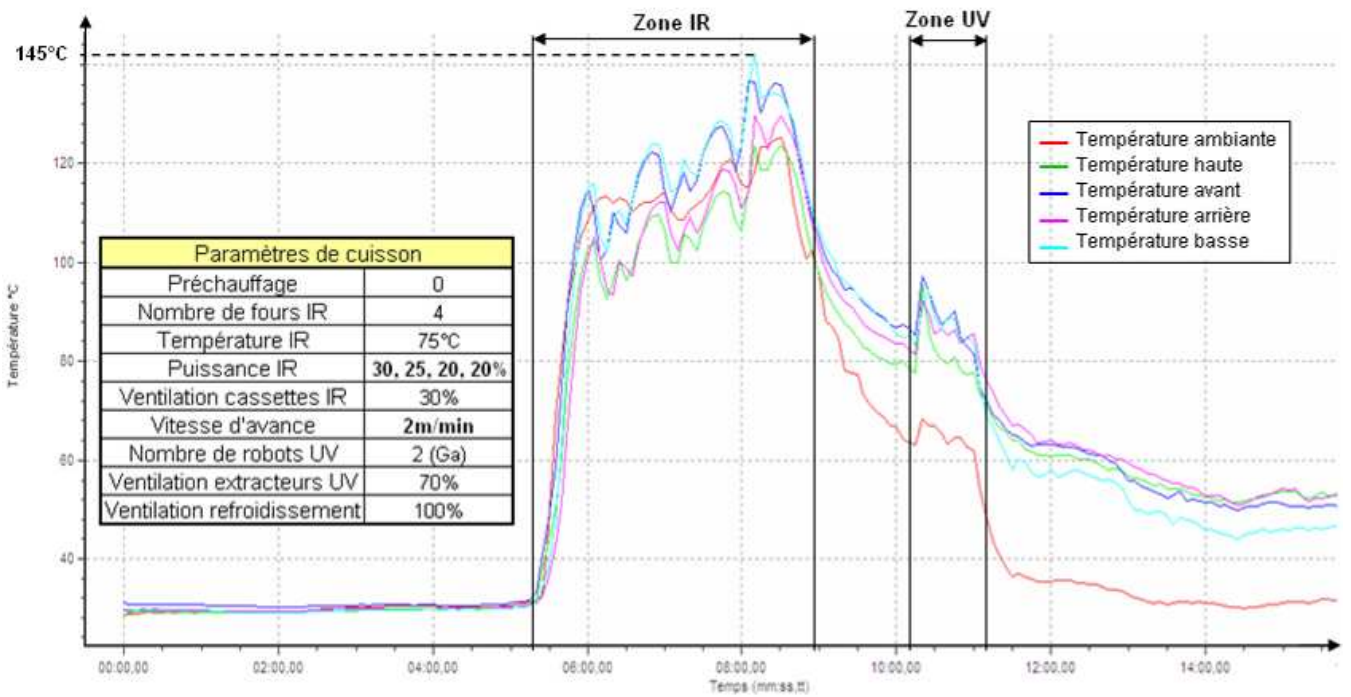
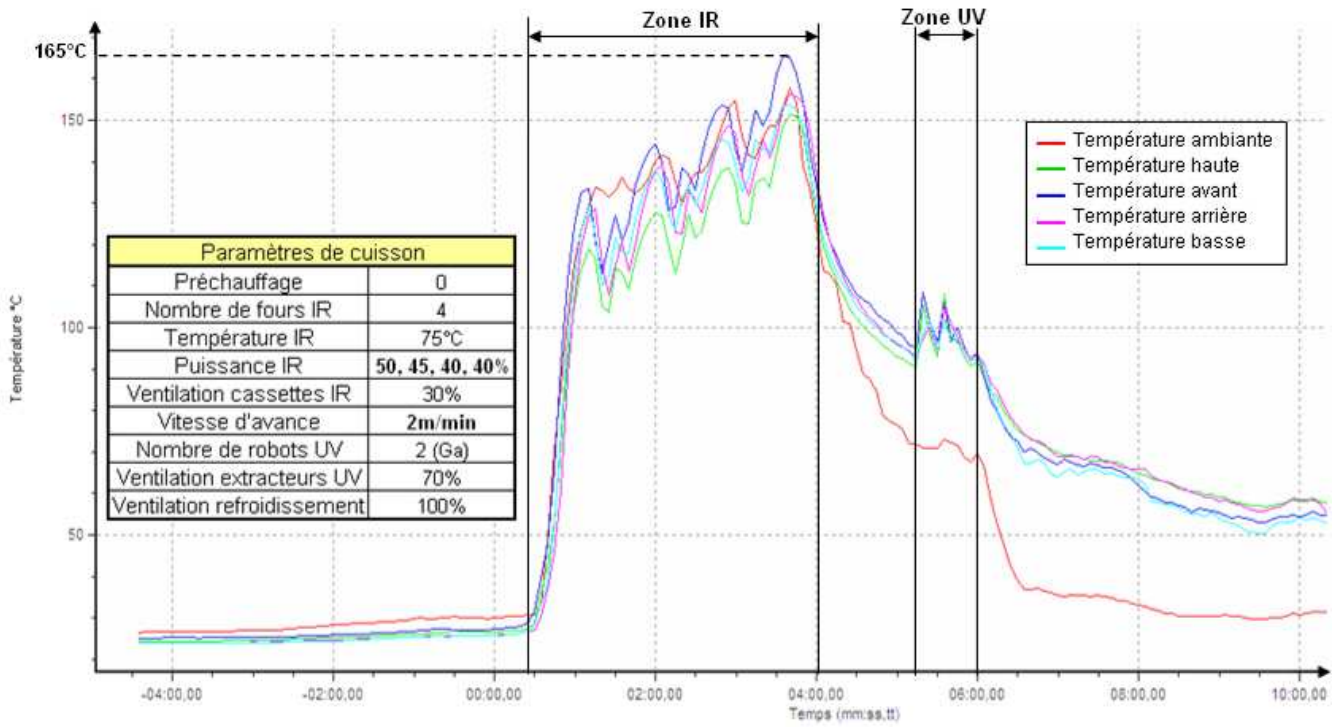
• Rugosité de surface : Y5

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,8351852		0,058878	14,19	<,0001*
X1[L1]	-0,283056		0,083266	-3,40	0,0011*
X1[L2]	0,1060185		0,083266	1,27	0,2074
X1[L3]	0,177037		0,083266	2,13	0,0372*
X2[L1]	0,7982778		0,083266	9,59	<,0001*
X2[L2]	-0,580852		0,083266	-6,98	<,0001*
X2[L3]	-0,217426		0,083266	-2,61	0,0112*
X3[L1]	0,0325741		0,083266	0,39	0,6969
X3[L2]	0,1205185		0,083266	1,45	0,1525
X3[L3]	-0,153093		0,083266	-1,84	0,0705
X4[L1]	-0,386537		0,083266	-4,64	<,0001*
X4[L2]	0,194463		0,083266	2,34	0,0226*
X4[L3]	0,1920741		0,083266	2,31	0,0242*
X5[L1]	-0,026796		0,083266	-0,32	0,7486
X5[L2]	-0,029444		0,083266	-0,35	0,7248
X5[L3]	0,0562407		0,083266	0,68	0,5018
X6[L1]	-0,205648		0,083266	-2,47	0,0161*
X6[L2]	0,0127778		0,083266	0,15	0,8785
X6[L3]	0,1928704		0,083266	2,32	0,0237*
X7[L1]	-0,012241		0,083266	-0,15	0,8836
X7[L2]	0,012537		0,083266	0,15	0,8808
X7[L3]	-0,000296	0,083266	-0,00	0,9972	

Annexe T.9. Suivi thermique dans les fours IR à des vitesses différentes

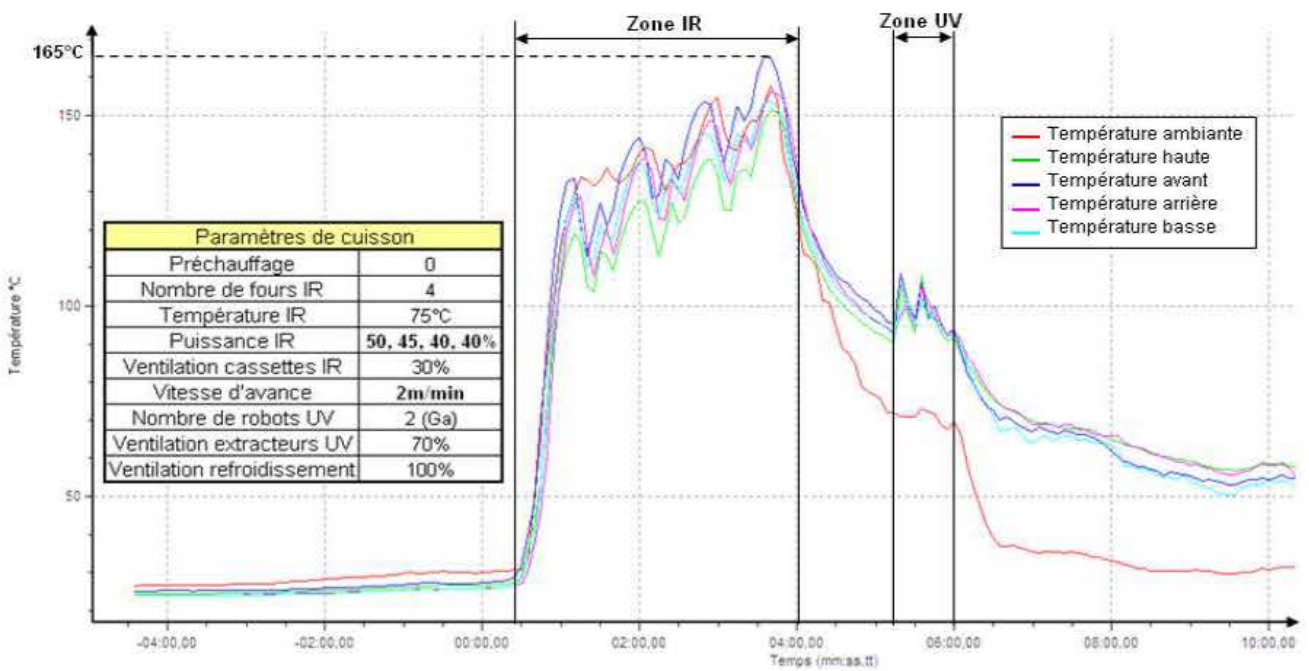
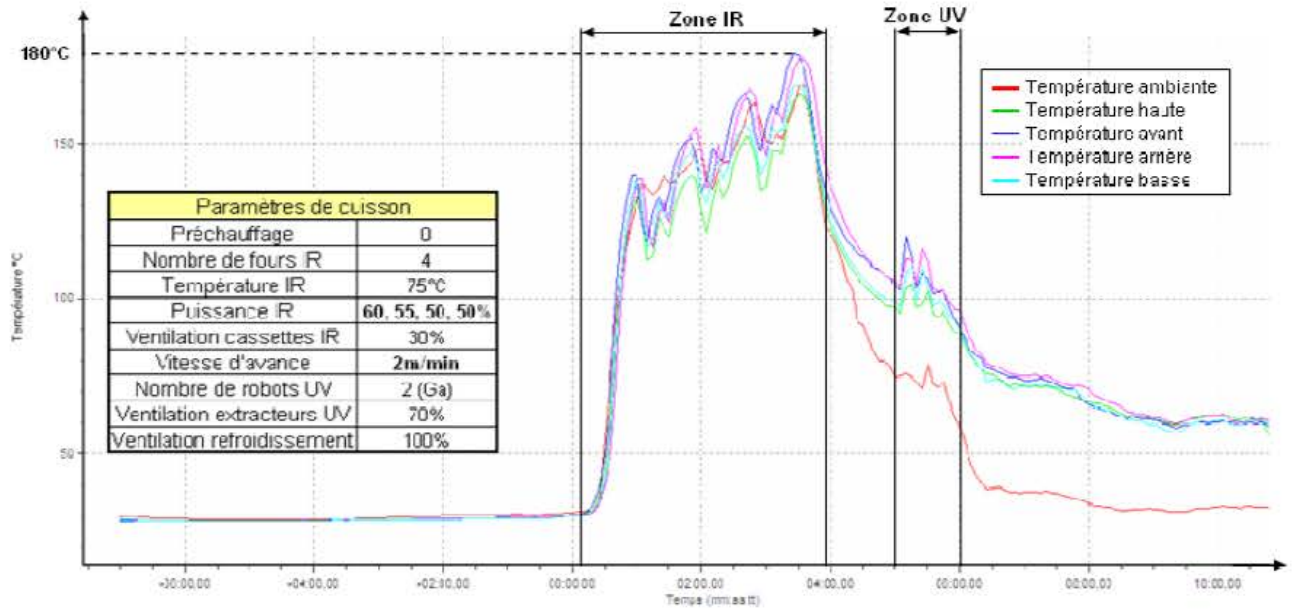


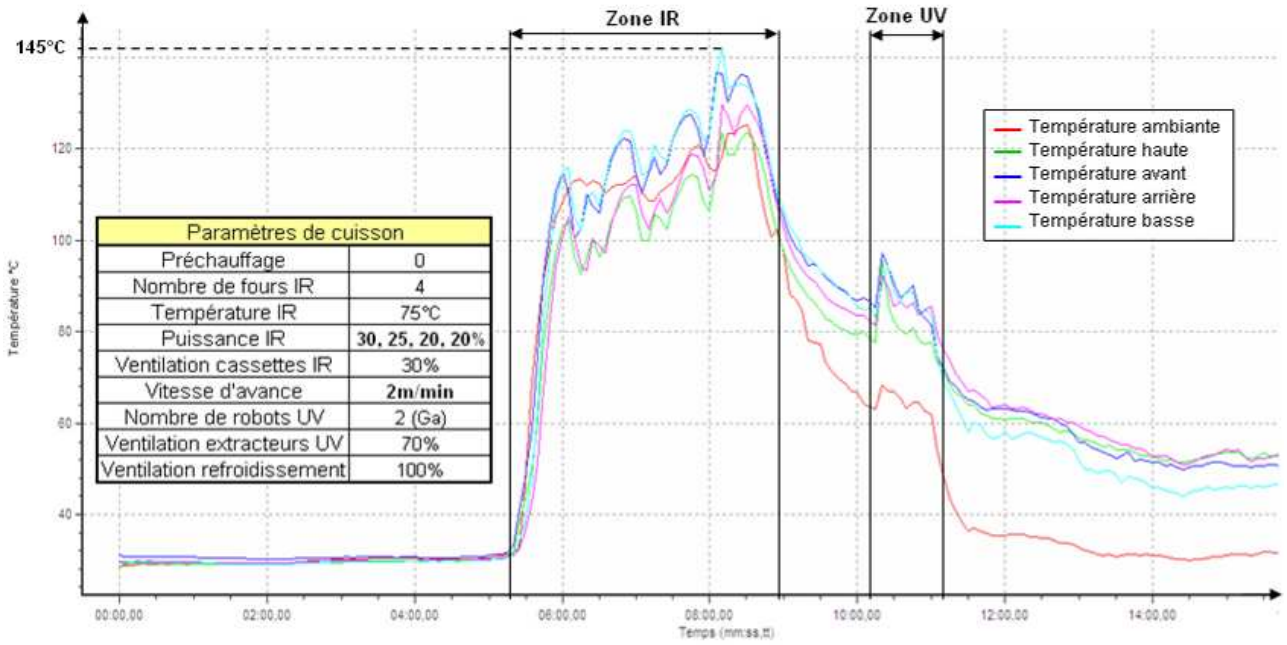
ANNEXES



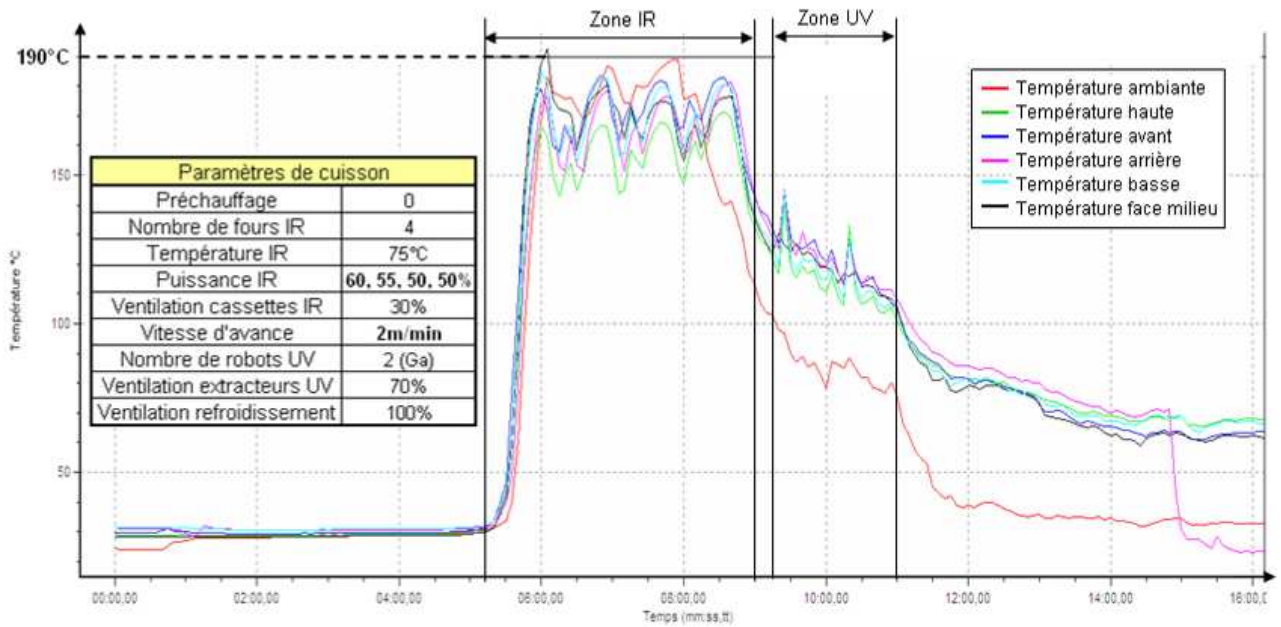
Annexe T.10. Etude thermique des fours IR : impact des plaques ceramiques

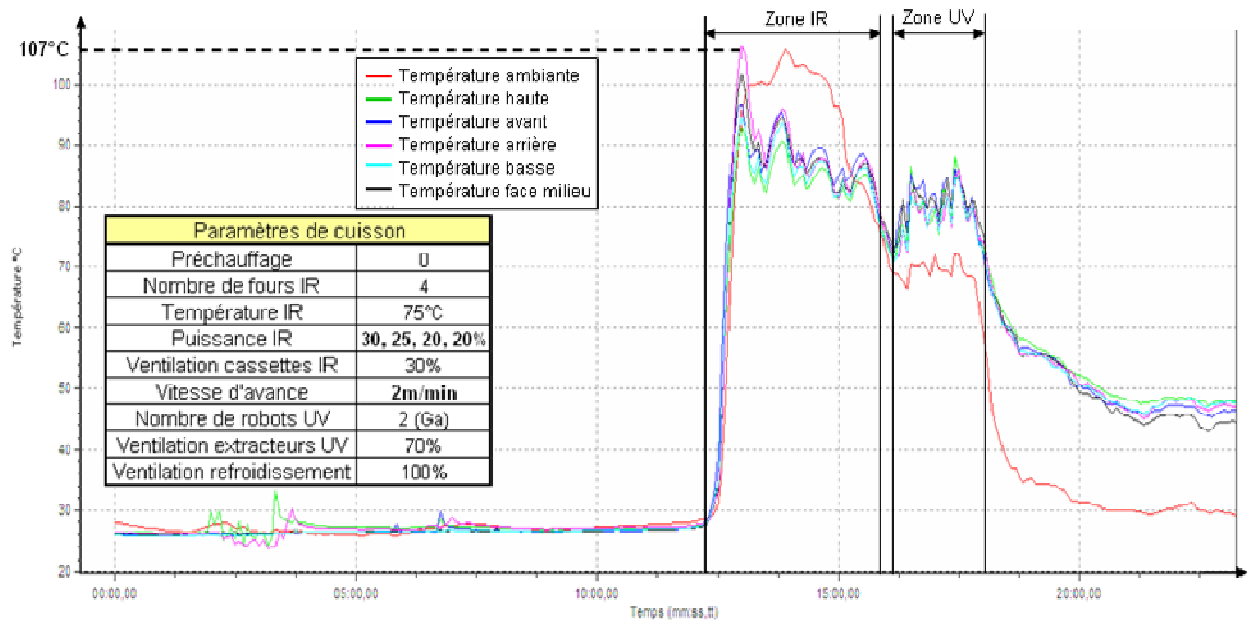
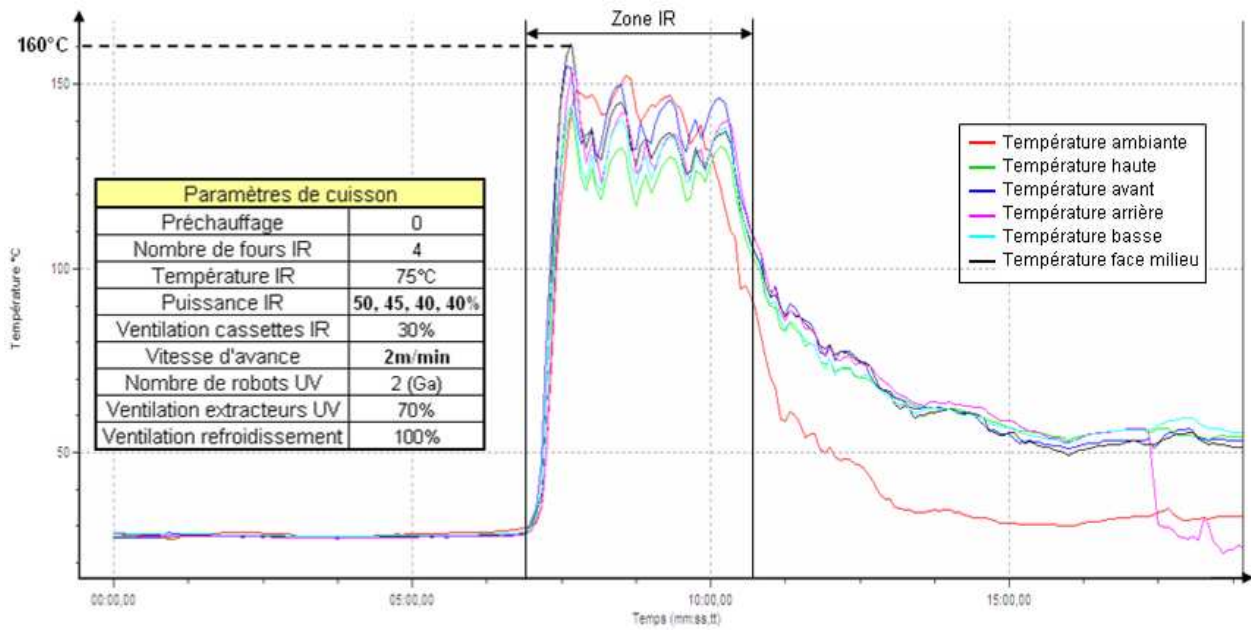
- Avec les plaques céramiques :





• Sans les plaques céramiques :





Annexe T.11. Vérification des paramètres de cuisson IR sur d'autres poudres

ref	Epoxy-Polyester	700LB	Vert 674	grainé	MDF	FK352F
	Epoxy-Polyester	700LB	Bleu 904	grainé	MDF	FJ352F
	Epoxy-Polyester	700LB	Orange 217	grainé	MDF	FF350F
	Epoxy-Polyester	700LB	Violet 86	grainé	MDF	FH352F
	Epoxy-Polyester	700LB	Jaune 340	grainé	MDF	FE351F
	Epoxy-Polyester	700LB	Brun 695	grainé	MDF	FM353F

• **Épaisseur du feuil :**

Résultats Epaisseur (NF EN ISO 2808) :

Essais	Épaisseur 1 (µm)	Épaisseur 2 (µm)	Épaisseur 3 (µm)	Moyenne (µm)	Etendue
Bleu 904 grainé	180	150	150	160,00	30
Orange 217 grainé	100	100	90	96,67	10
Violet 86 grainé	135	140	145	140,00	10
Jaune 340 grainé	100	95	100	98,33	5
Brun 695 grainé	115	120	115	116,67	5
				moyenne :	
				122,33	12,00

- Résistance à l'adhérence par quadrillage :

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue
Bleu 904 grainé	1	1	2	1,33	1
Orange 217 grainé	1	2	1	1,33	1
Violet 86 grainé	1	1	1	1,00	0
Jaune 340 grainé	1	1	2	1,33	1
Brun 695 grainé	1	1	1	1,00	0
moyenne :				1.20	0.60

- Résistance à la rayure :

Résultats Rayure (NF EN I15186) :

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue
Bleu 904 grainé	1,1	1,2	1,2	1,17	0
Orange 217 grainé	0,8	0,9	0,8	0,83	0
Violet 86 grainé	1,2	1,2	1,2	1,20	0
Jaune 340 grainé	1,1	1,2	1,3	1,20	0
Brun 695 grainé	1,0	1,1	1,0	1,03	0
moyenne :				1.09	0.10

- Résistance à l'acétone :

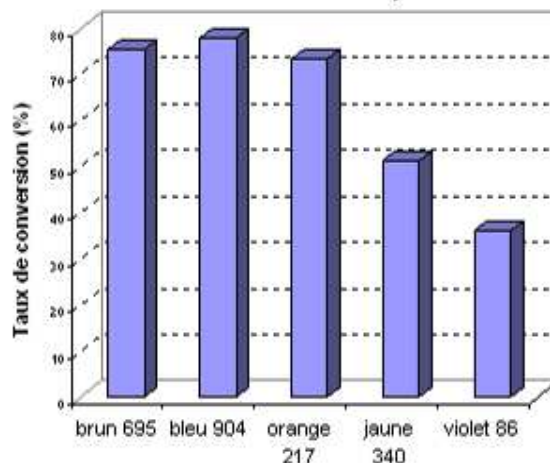
Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :

Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
Bleu 904 grainé	2	3	2	2,33	1
Orange 217 grainé	4	4	5	4,33	1
Violet 86 grainé	2	2	2	2,00	0
Jaune 340 grainé	3	3	3	3,00	0
Brun 695 grainé	3	3	4	3,33	1
moyenne :				3.00	0.60

- Taux de conversion :

Essai de cuisson	Aires des pics IR				Taux de conversion (%)
	poudre brute		poudre cuite		
	carac: 1268 cm-1: epoxydes	ref: 1580 cm-1: polyesters	carac: 1268 cm-1: epoxydes	ref: 1580 cm-1: polyesters	
brun 695	41,0644	2,5891	14,7127	3,7538	75,2881879
bleu 904	43,4481	2,8177	13,6518	3,9733	77,7175715
orange 217	50,0105	2,0738	18,306	2,8337	73,2116934
jaune 340	47,3532	3,3489	15,4755	2,253	51,4223676
violet 86	39,7468	3,2647	16,4023	2,1072	36,064789

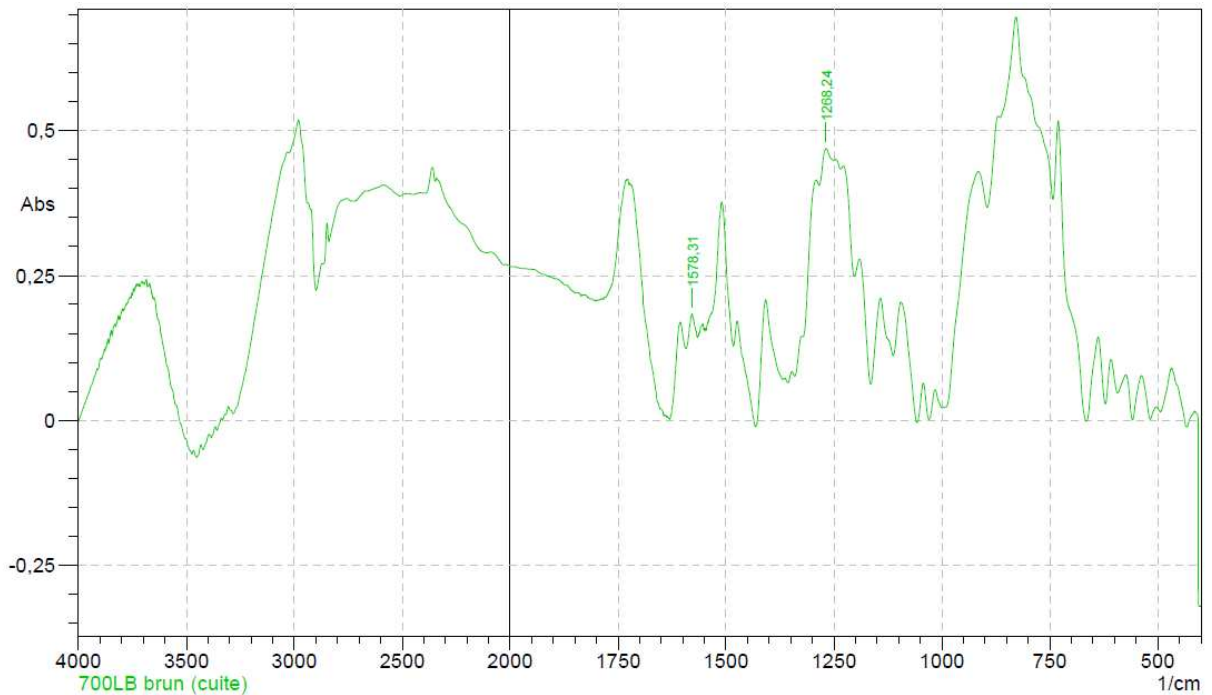
Evolution du taux de conversion de différentes poudres 700LB cuites de la même façon à ECOFIA



ANNEXES

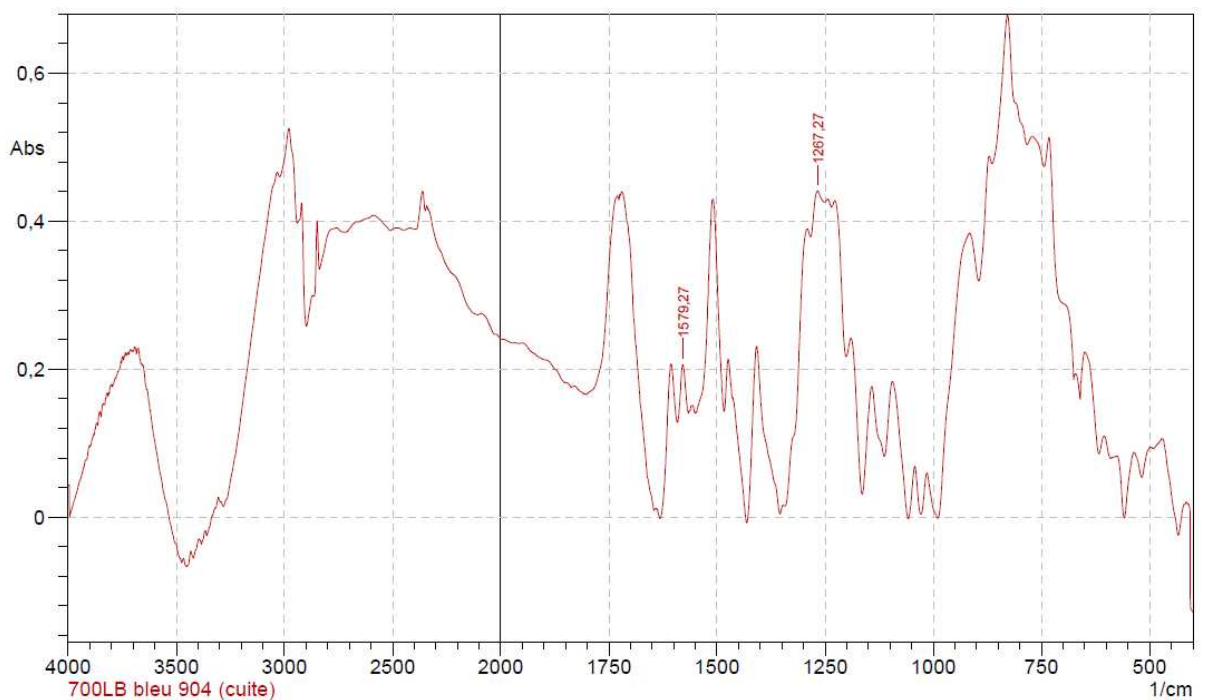
⇒ Les spectres FTIR :

• Brun 700LB :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1268,24	0,4691	0,0424	1284,15	1251,36	14,7127	0,7009
2	1578,31	0,1837	0,0413	1592,77	1569,14	3,7538	0,4677

• Bleu 700LB :

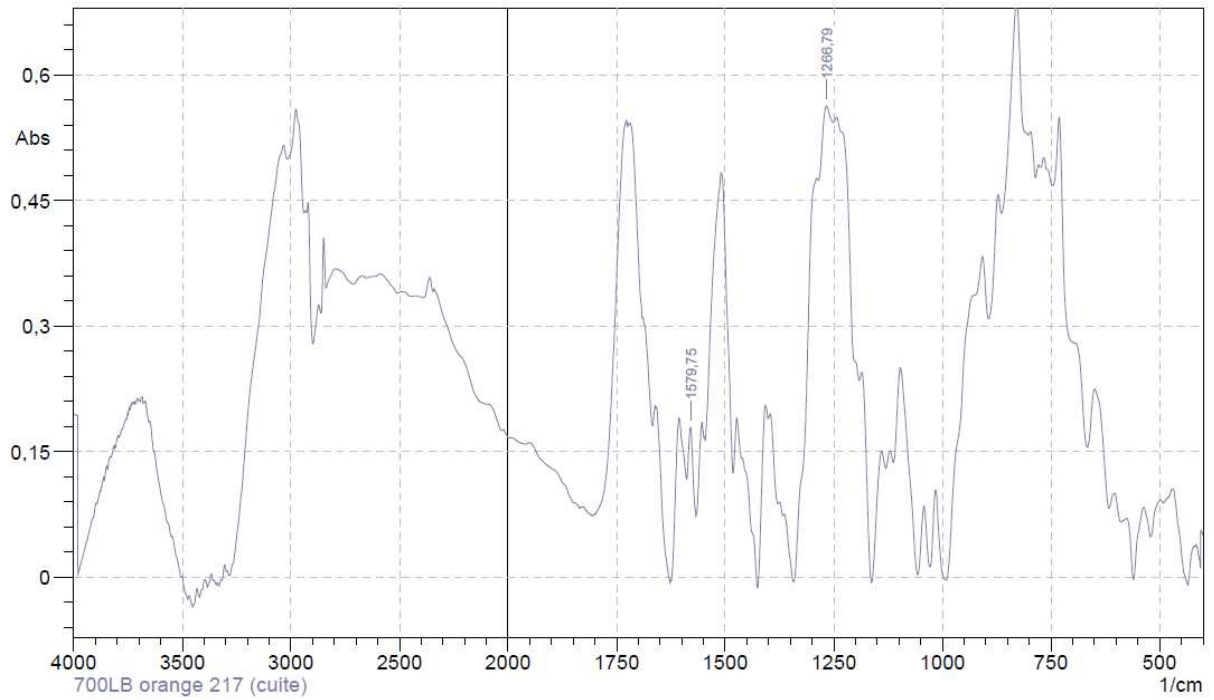


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1267,27	0,4407	0,0382	1283,67	1251,36	13,6518	0,6583
2	1579,27	0,2061	0,0696	1591,33	1568,18	3,9733	0,8225

•

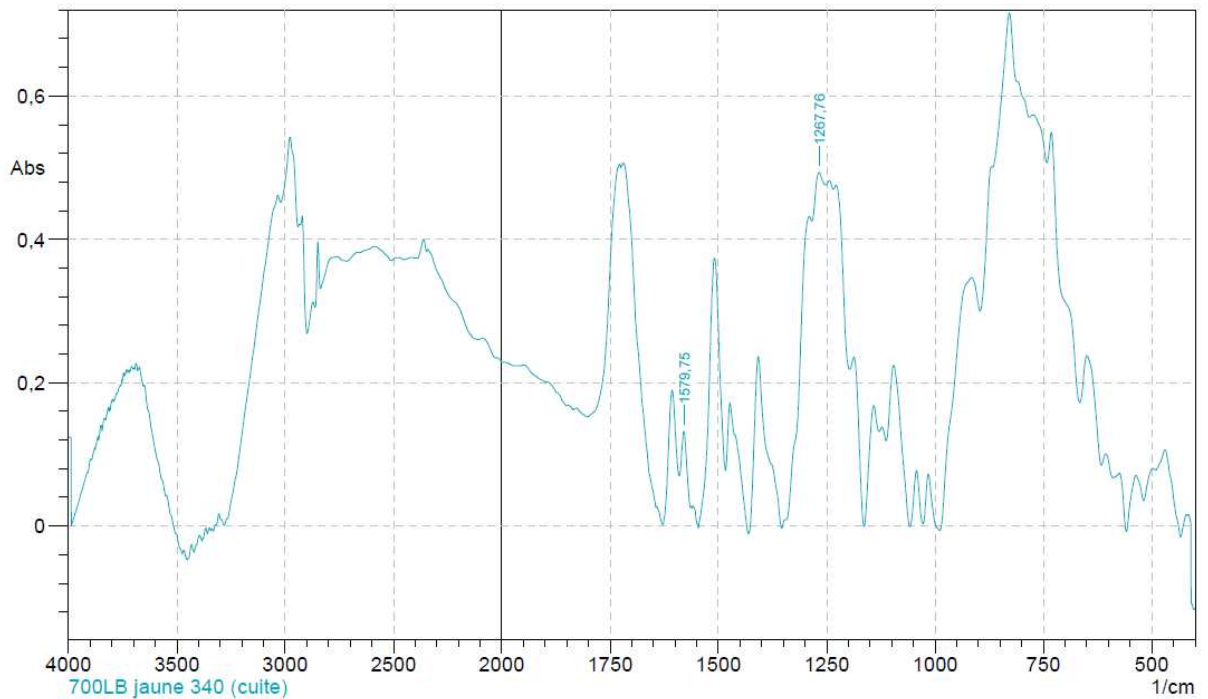
ANNEXES

• Orange 700LB :



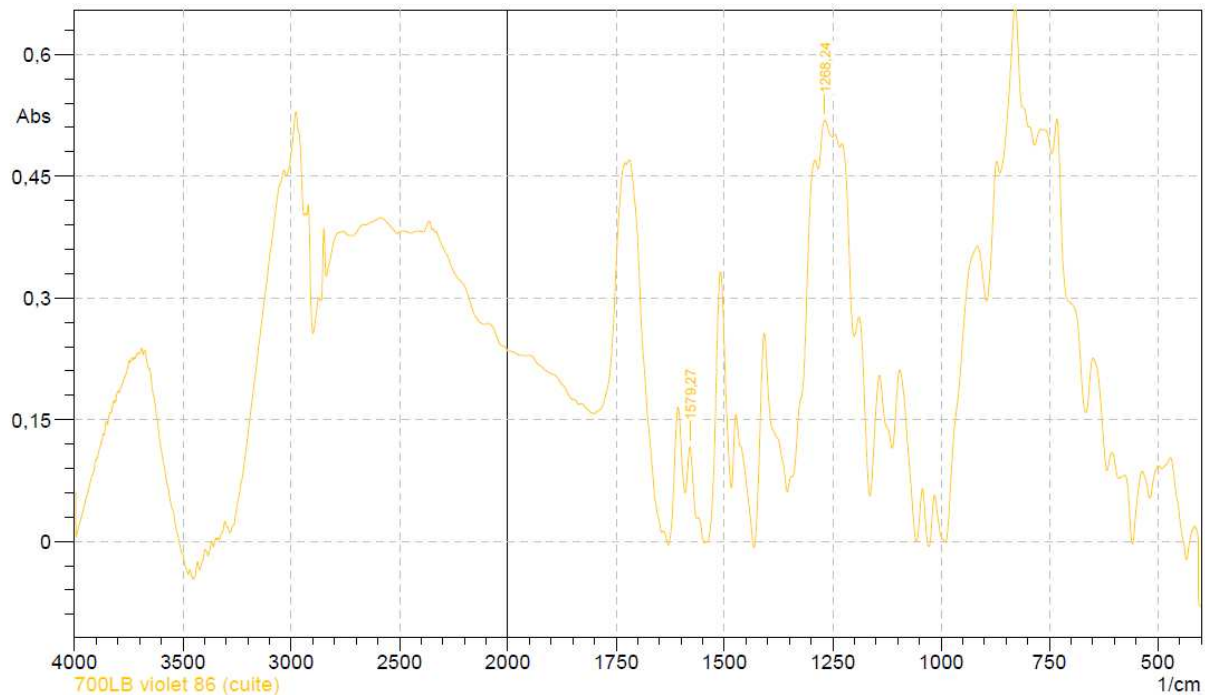
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1266,79	0,5631	0,0509	1285,6	1251,36	18,306	0,8894
2	1579,75	0,1795	0,0806	1588,43	1567,21	2,8337	0,823

• Jaune 700LB :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1267,76	0,4934	0,042	1284,63	1251,84	15,4755	0,6973
2	1579,75	0,1321	0,08	1590,36	1564,32	2,253	1,0018

• Violet 700LB :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1268,24	0,5193	0,0415	1283,67	1250,88	16,4023	0,6963
2	1579,27	0,1165	0,0694	1590,84	1561,91	2,1072	0,839

Annexe U. ETUDE DE LA CUISSON DES POUDRES IR+UV DANS LE DOMAINE INDUSTRIEL (ECOFIA)

Annexe U.1. Plan expérimental choisi

Modalités à appliquer pour les différents facteurs :

Essais	Nombre robots UV	Prog IR	Prog. Poudrage	Vitesse robot	Ventil. Robot	Vitesse conv.	Refroid.
1	4	1	1	30	60	60	60
2	4	1	2	55	80	80	80
3	4	1	3	80	100	100	100
4	4	2	1	55	80	100	100
5	4	2	2	80	100	60	60
6	4	2	3	30	60	80	80
7	4	3	1	80	100	80	80
8	4	3	2	55	60	100	100
9	4	3	3	30	80	60	60
10	3	1	1	55	100	80	100
11	3	1	2	80	60	100	60
12	3	1	3	30	80	60	80
13	3	2	1	80	60	60	80
14	3	2	2	30	80	80	100
15	3	2	3	55	100	100	60
16	3	3	1	30	80	100	60
17	3	3	2	55	100	60	80
18	3	3	3	80	60	80	100
19	2	1	1	80	80	100	80
20	2	1	2	30	100	60	100
21	2	1	3	55	60	80	60
22	2	2	1	30	100	80	60
23	2	2	2	55	60	100	80
24	2	2	3	80	80	60	100
25	2	3	1	55	60	60	100
26	2	3	2	80	80	80	60
27	2	3	3	30	100	100	80

		1	2	3
Fours IR	Paramètres de cuisson			
	Puissance de la lampe IR ₁ (%)	30	50	60
	Température IR ₁ (°C)	65	70	75
	Puissance de la ventilation IR ₁ (%)	40	60	80
	Nombre de fours en fonctionnement	2	3	4

Annexe U.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue
1	2	2	2	2,00	0
2	4	5	5	4,67	1
3	5	5	5	5,00	0
4	3	3	3	3,00	0
5	1	1	2	1,33	1
6	2	3	1	2,00	2
7	2	2	2	2,00	0
8	1	3	2	2,00	2
9	3	3	3	3,00	0
10	3	3	5	3,67	2
11	5	5	5	5,00	0
12	4	4	5	4,33	1
13	1	1	1	1,00	0
14	4	2	1	2,33	3
15	4	2	2	2,67	2
16	1	2	2	1,67	1
17	3	2	2	2,33	1
18	1	1	2	1,33	1
19	5	5	5	5,00	0
20	4	5	4	4,33	1
21	5	5	4	4,67	1
22	2	2	1	1,67	1
23	4	4	4	4,00	0
24	4	4	3	3,67	1
25	3	3	3	3,00	0
26	1	2	1	1,33	1
27	2	2	3	2,33	1
moyenne :				2,94	0,85

Effets des facteurs pour la résistance à l'adhérence :

		niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	2,78	4,30	2,93	2,07	2,56	2,78	3,04	2,74	2,52	2,78	2,78	2,78	2,78	2,59
	2	2,70	2,41	2,89	2,85	3,04	2,78	2,89	2,93	3,44	3,22	3,22	2,63	3,07	
	3	3,33	2,11	3,00	3,26	3,22	3,26	2,89	2,81	2,85	2,81	2,81	3,41	3,15	
Etendue	1	0,67	0,67	0,89	0,89	0,44	0,67	0,78	1,22	1,33	0,67	0,89	0,56	0,78	
	2	1,22	1,11	0,89	0,89	1,11	1,11	1,00	0,56	0,78	0,89	0,89	1,38	0,67	
	3	0,67	0,78	1,00	0,78	1,00	0,78	0,78	0,78	0,44	1,00	0,78	0,67	1,11	

Annexe U.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure

Résultats Rayure (NF EN 115186) :

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue	
1	0,4	0,5	0,4	0,43	0,1	
2	0,4	0,4	0,4	0,40	0,0	
3	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	
4	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
5	0,5	0,5	0,5	0,50	0,0	
6	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
7	0,6	0,6	0,6	0,40	0,0	
8	0,6	0,5	0,6	0,57	0,1	
9	0,5	0,5	0,4	0,47	0,1	
10	0,2	0,2	0,2	0,20	0,0	
11	0,1	0,1	0,0	0,07	0,1	
12	0,4	0,4	0,4	0,40	0,0	
13	0,7	0,6	0,7	0,67	0,1	
14	0,5	0,5	0,5	0,50	0,0	
15	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1	
16	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
17	pas mesurable			0,00	0,0	
18	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
19	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	
20	0,2	0,1	0,2	0,17	0,1	
21	0,1	0,2	0,1	0,13	0,1	
22	0,7	0,6	0,7	0,67	0,1	
23	0,6	0,5	0,6	0,57	0,1	
24	0,5	0,5	0,5	0,50	0,0	
25	pas mesurable			0,00	0,0	
26	0,5	0,5	0,5	0,50	0,0	
27	0,5	0,6	0,5	3,67	1,0	
				moyenne :	0,51	0,00

Effets des facteurs pour la résistance à la rayure :

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	0,43	0,20	0,42	1,22	0,40	0,47	0,70	0,37	0,84	0,40	0,77	0,35	0,44
	2	0,40	0,57	1,20	0,35	0,36	0,80	0,41	0,81	0,33	0,44	0,36	0,44	0,74
	3	1,18	1,13	0,32	0,35	0,76	0,25	0,41	0,39	0,36	0,69	0,39	0,74	0,35
Etendue	1	0,04	0,04	0,06	0,00	0,03	0,04	0,14	0,04	0,17	0,08	0,14	0,04	0,07
	2	0,03	0,06	0,00	0,03	0,04	0,14	0,03	0,17	0,04	0,01	0,04	0,03	0,14
	3	0,00	0,00	0,06	0,05	0,16	0,04	0,06	0,04	0,02	0,14	0,04	0,16	0,02

Annexe U.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 055 (13,2)) :

Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
1	2	2	2	2,00	0,00
2	1	1	1	1,00	0,00
3	1	1	2	1,33	1,00
4	3	3	3	3,00	0,00
5	4	4	3	3,67	1,00
6	4	4	4	4,00	0,00
7	3	3	3	3,00	0,00
8	3	3	3	3,00	0,00
9	4	4	4	4,00	0,00
10	1	1	1	1,00	0,00
11	1	1	1	1,00	0,00
12	2	2	1	1,67	1,00
13	3	3	3	3,00	0,00
14	3	3	3	3,00	0,00
15	3	2	3	2,67	1,00
16	3	3	3	3,00	0,00
17	1	1	1	1,00	0,00
18	4	4	3	3,67	1,00
19	1	1	1	1,00	0,00
20	1	1	1	1,00	0,00
21	1	2	1	1,33	1,00

ANNEXES

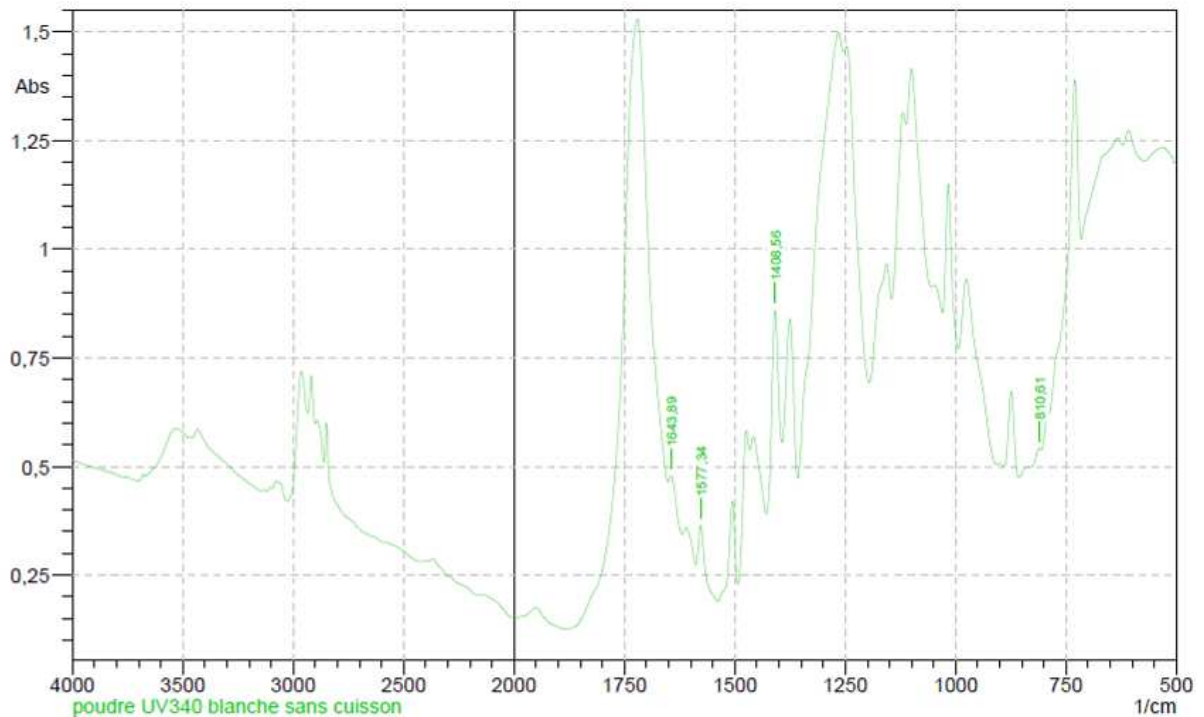
22	4	4	4	4,00	0,00
23	3	3	3	3,00	0,00
24	3	3	3	3,00	0,00
25	4	4	3	3,67	1,00
26	3	3	3	3,00	0,00
27	4	4	4	4,00	0,00
moyenne :				2,56	0,26

Effets des facteurs pour la résistance à l'acétone :

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	2,78	1,26	2,44	0,70	2,63	2,56	2,37	2,30	2,85	2,74	2,81	2,56	2,74
	2	2,22	3,26	2,78	2,41	2,19	2,56	2,70	2,74	2,30	2,52	2,48	2,67	2,41
	3	2,67	3,15	2,44	2,63	2,85	2,56	2,59	2,37	2,52	2,41	2,37	2,44	2,52
Etendue	1	0,22	0,33	0,22	0,33	0,11	0,33	0,11	0,11	0,11	0,33	0,22	0,33	0,33
	2	0,33	0,22	0,33	0,33	0,11	0,22	0,56	0,11	0,33	0,11	0,22	0,25	0,11
	3	0,22	0,22	0,22	0,11	0,56	0,22	0,11	0,33	0,33	0,33	0,33	0,22	0,33

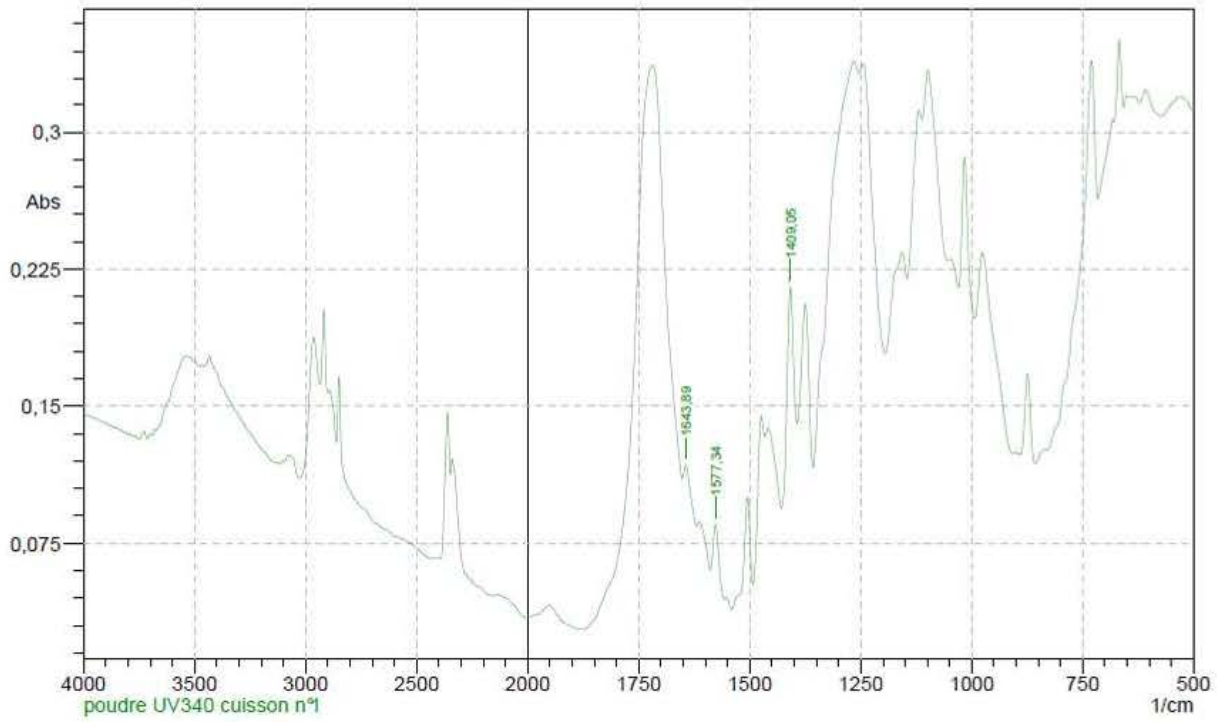
Annexe U.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR

⇒ Les spectres IR de la poudre UV340 blanc 657 :

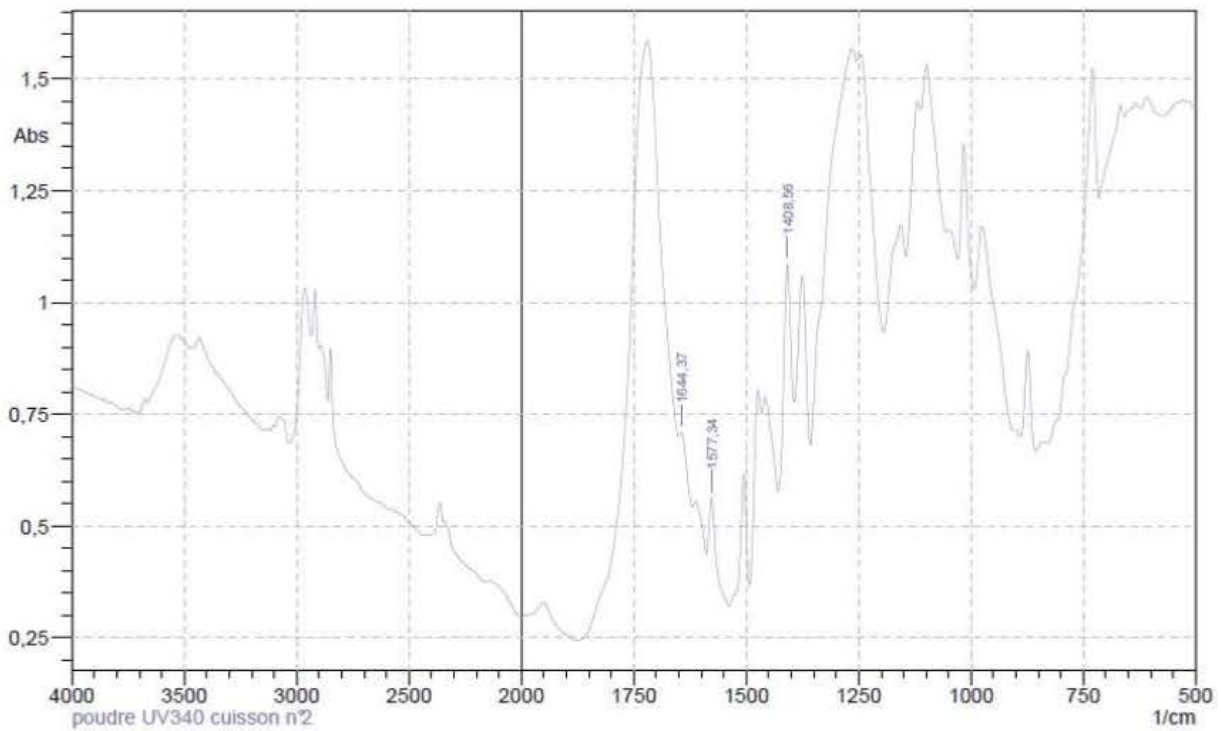


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	810,61	0,5418	0,0087	856,42	806,27	25,376	-0,0481
2	1408,56	0,8606	0,3758	1428,82	1393,13	22,507	5,6053
3	1577,34	0,3649	0,1096	1588,43	1538,76	12,8329	1,3129
4	1643,89	0,4786	0,0426	1651,6	1619,78	13,4886	0,6022

ANNEXES

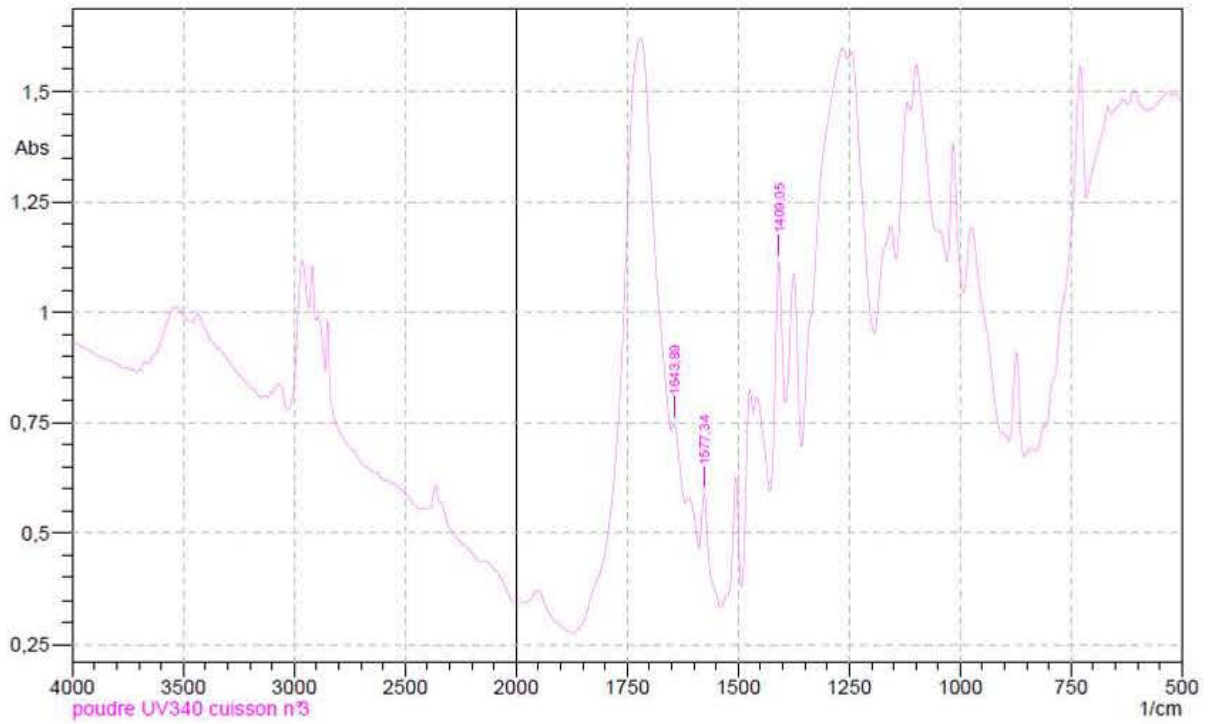


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,215028	0,095001	1428,82	1393,13	5,588434	1,394907
2	1577,34	0,085083	0,030059	1588,91	1556,12	2,123898	0,39761
3	1643,89	0,117571	0,01399	1652,57	1619,78	3,398965	0,201611

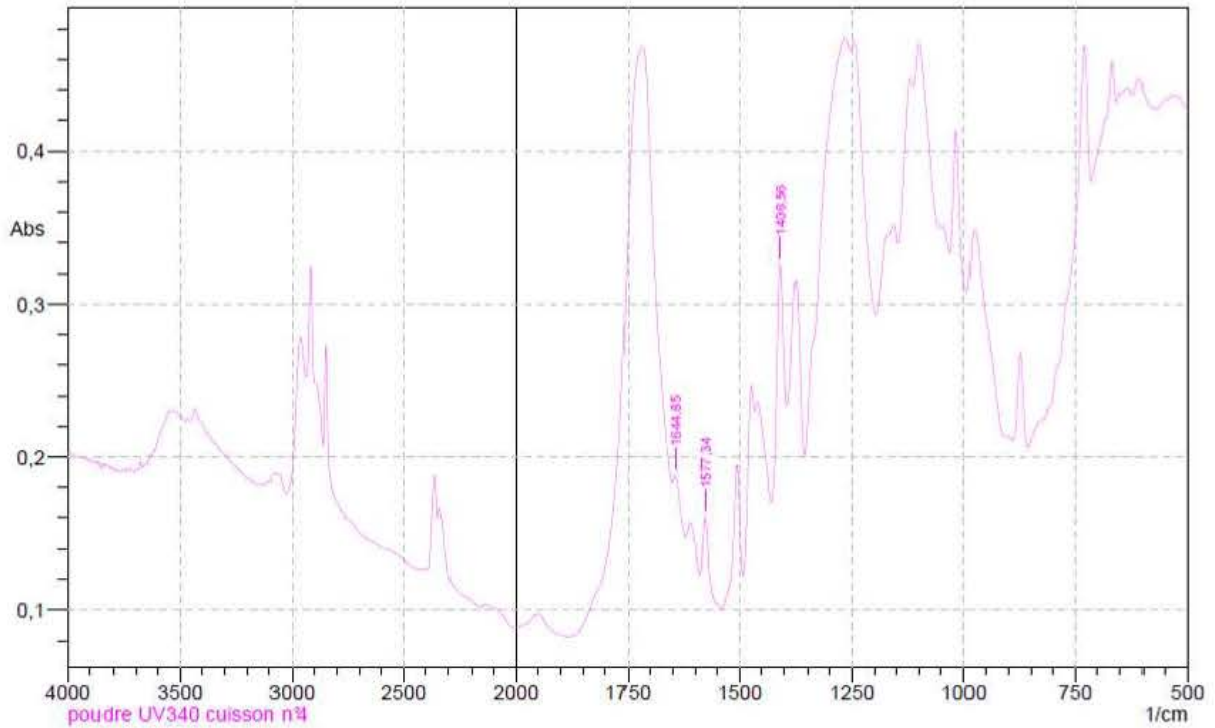


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	1,0862	0,3949	1428,82	1393,13	30,2613	6,0752
2	1577,34	0,5611	0,1494	1588,43	1538,28	20,9024	1,8938
3	1644,37	0,7086	0,0428	1651,12	1619,78	20,0912	0,6237

ANNEXES

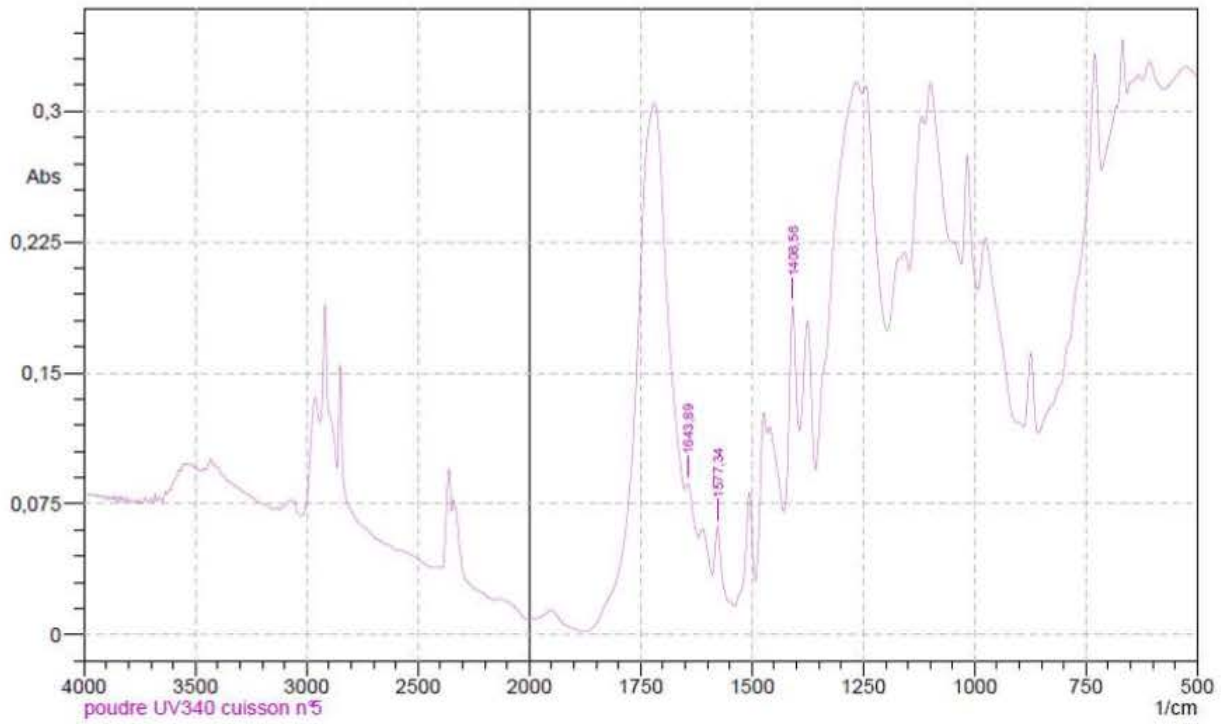


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409.05	1,1125	0,4071	1428,82	1393,13	30,9941	6,208
2	1577,34	0,5863	0,1506	1588,43	1538,76	21,785	1,9602
3	1643,89	0,7465	0,0522	1651,12	1619,78	21,1076	0,7422

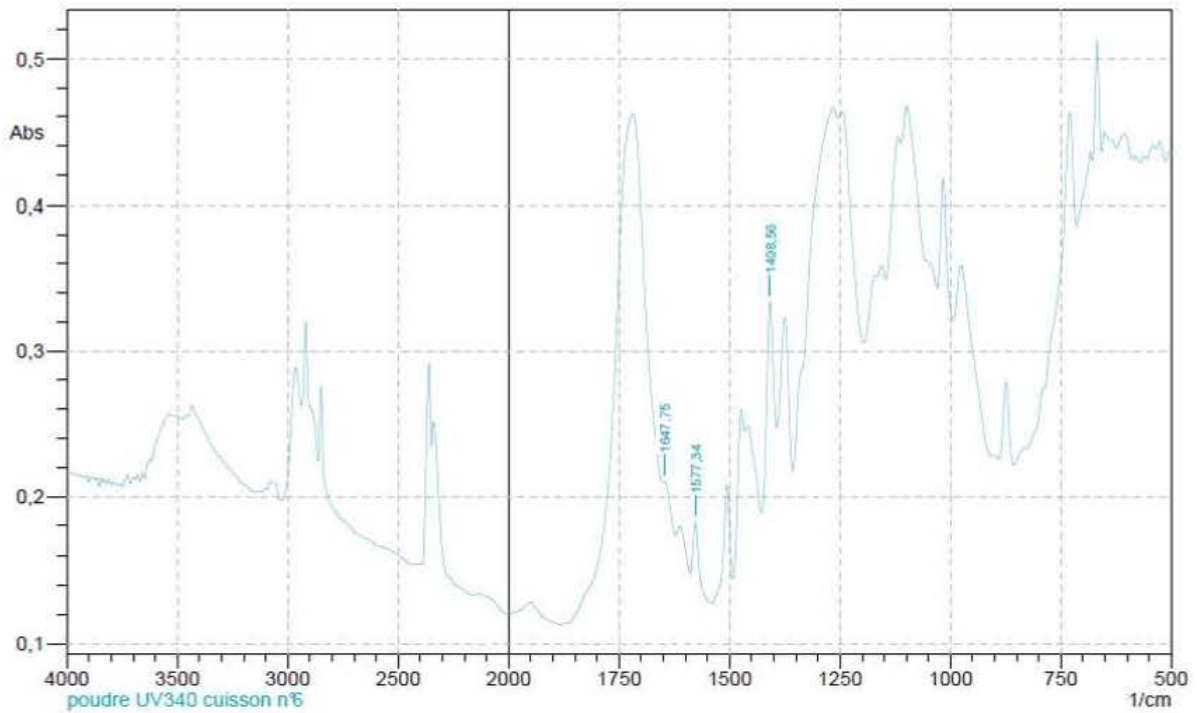


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,325579	0,119269	1428,82	1393,13	8,974251	1,764032
2	1577,34	0,160256	0,042717	1589,4	1541,18	5,918986	0,518498
3	1644,85	0,187573	0,01267	1652,09	1621,71	5,190201	0,165578

ANNEXES

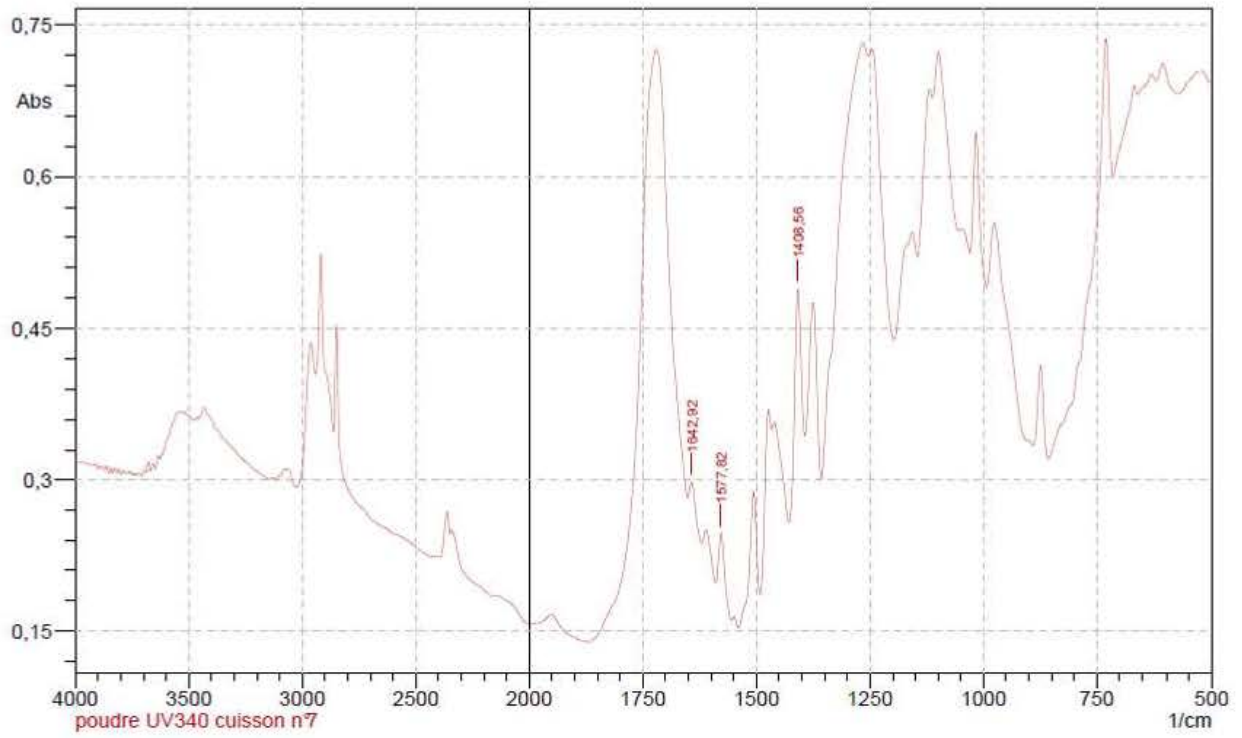


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,188403	0,091328	1428,82	1393,13	4,708066	1,355874
2	1577,34	0,061791	0,032494	1589,4	1552,75	1,420704	0,442993
3	1643,89	0,086505	0,00979	1651,12	1620,74	2,238731	0,12579

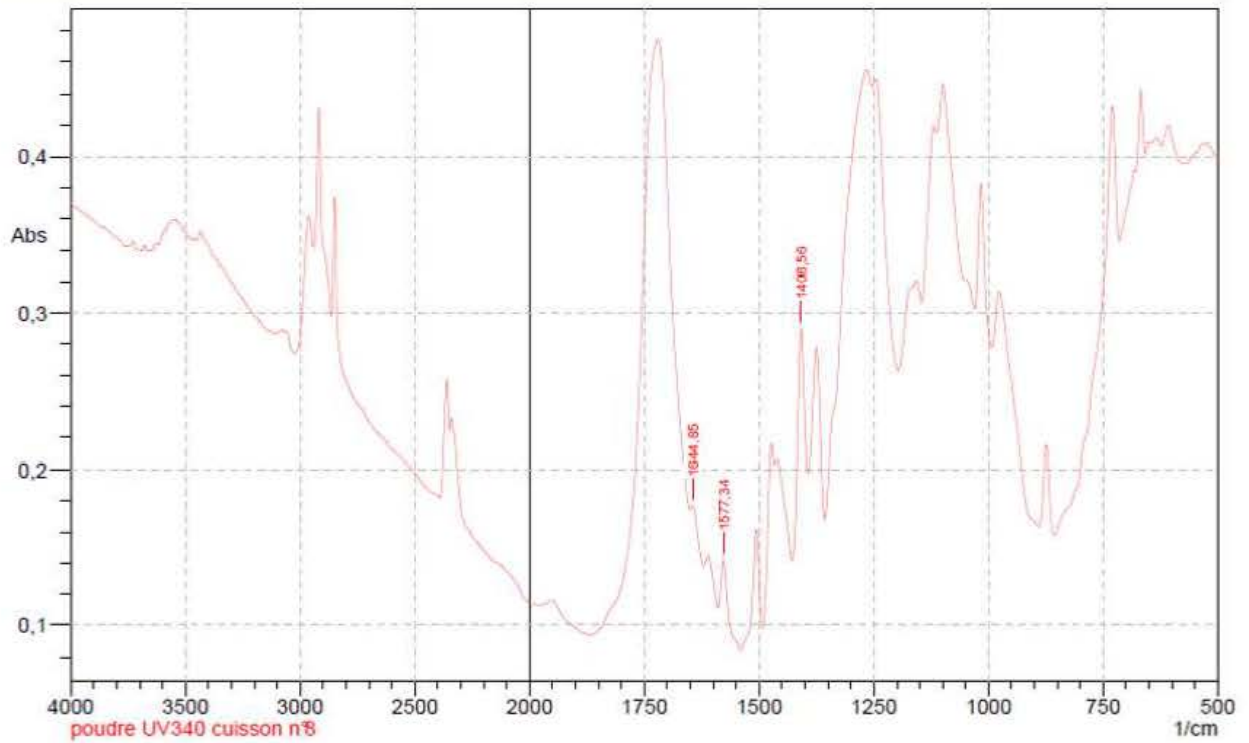


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,3336	0,1116	1428,34	1393,13	9,3474	1,6592
2	1577,34	0,1824	0,0398	1589,4	1543,1	6,8884	0,5081
3	1647,75	0,2104	0,0033	1650,16	1622,19	5,4344	0,068

ANNEXES

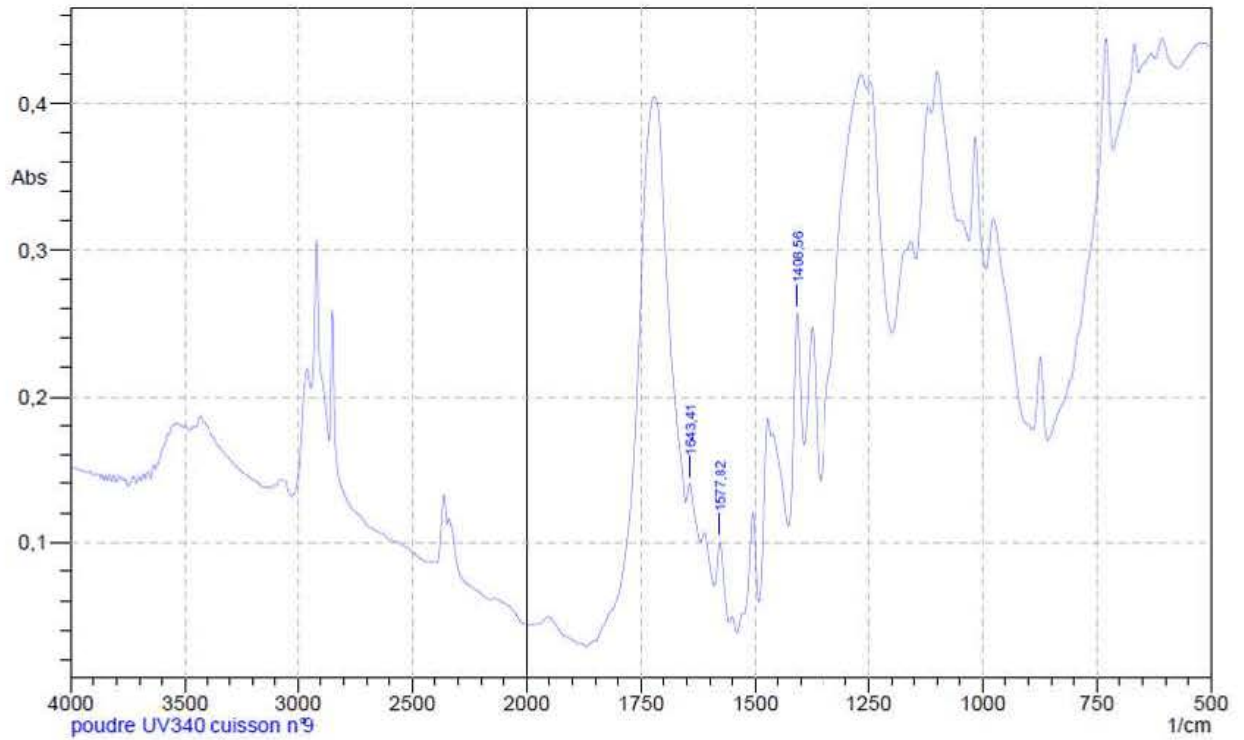


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,489739	0,1826	1428,82	1393,13	13,443363	2,689229
2	1577,82	0,248059	0,063193	1589,88	1554,2	7,247289	0,863499
3	1642,92	0,298539	0,028955	1652,09	1620,74	8,538123	0,381003

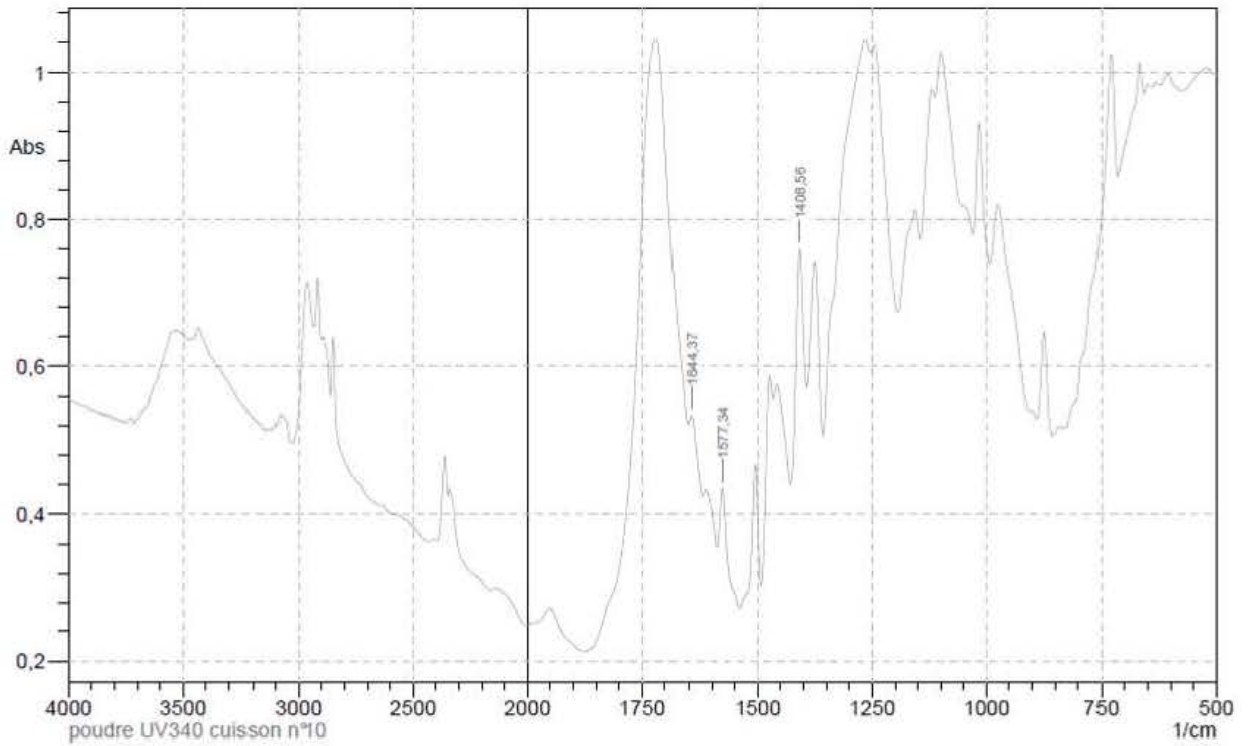


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,289847	0,116755	1428,34	1393,13	7,685453	1,712303
2	1577,34	0,141307	0,036425	1589,4	1539,25	5,367257	0,456208
3	1644,85	0,176448	0,009566	1651,12	1620,74	4,865724	0,119218

ANNEXES

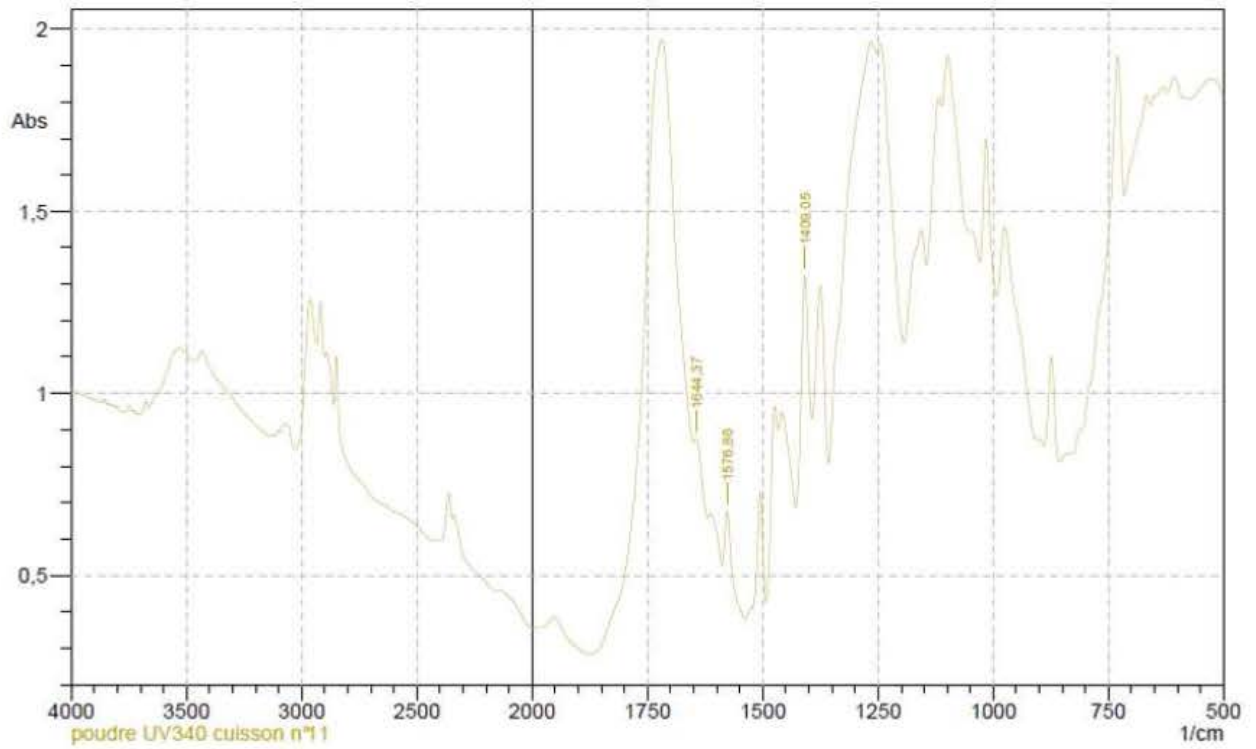


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,257129	0,114433	1428,34	1393,13	6,567575	1,666561
2	1577,82	0,10009	0,039448	1589,88	1558,05	2,40899	0,576493
3	1643,41	0,13973	0,020498	1652,57	1620,26	3,952744	0,288632

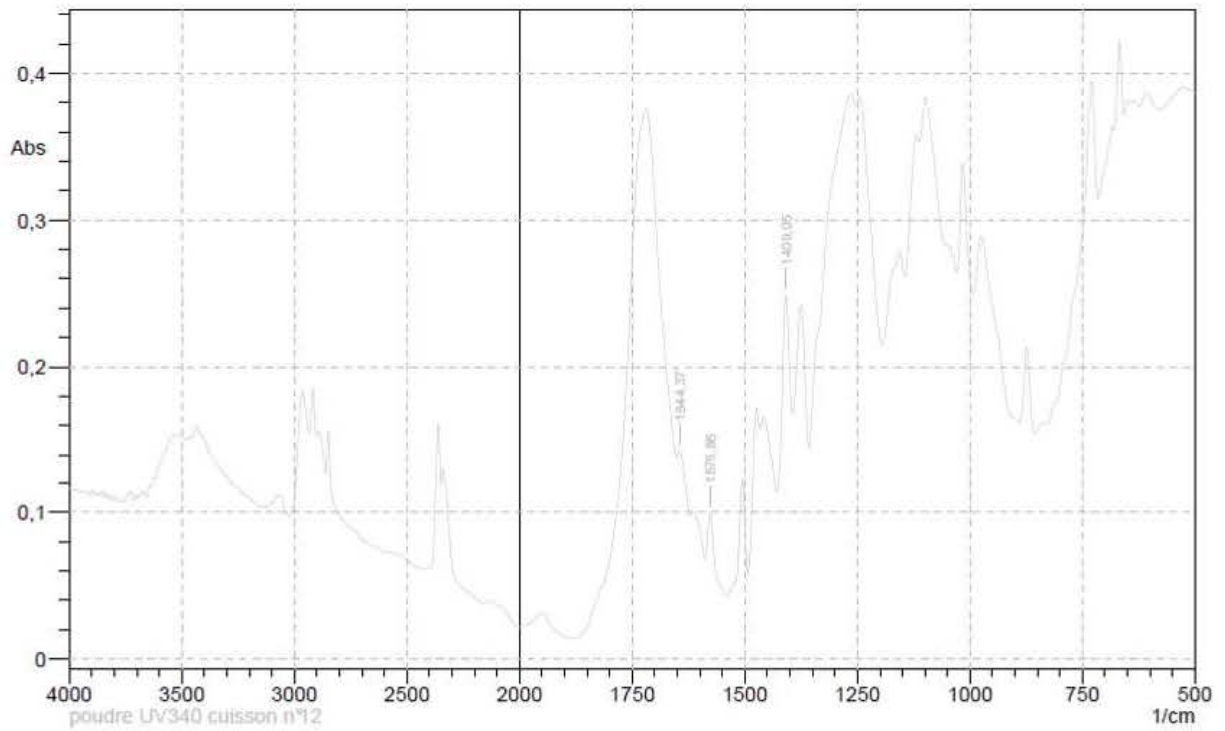


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,7594	0,2437	1428,82	1393,13	21,8322	3,7468
2	1577,34	0,4354	0,0984	1588,43	1539,25	16,7389	1,2759
3	1644,37	0,5336	0,0348	1652,09	1619,78	15,8129	0,5132

ANNEXES

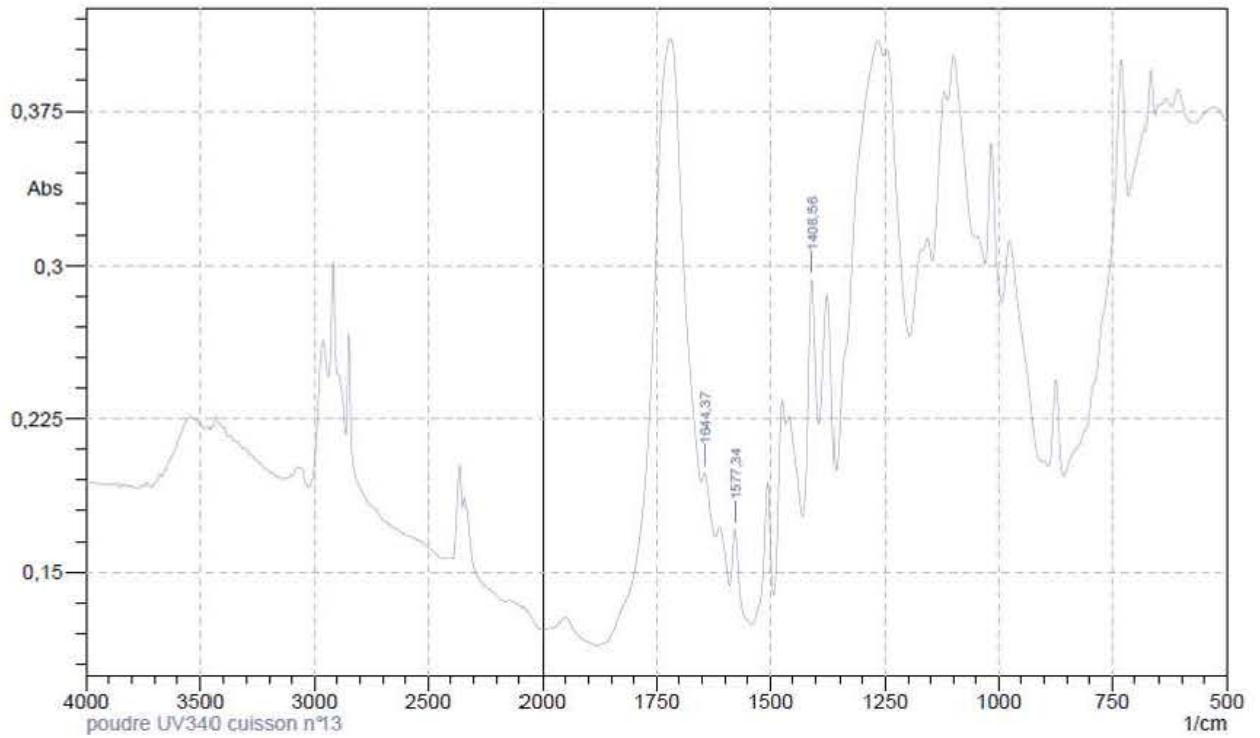


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	1,3233	0,5014	1428,82	1393,13	36,5158	7,6617
2	1576,86	0,6753	0,1815	1588,43	1538,28	25,07	2,2954
3	1644,37	0,8742	0,0511	1650,64	1619,29	24,5936	0,7267

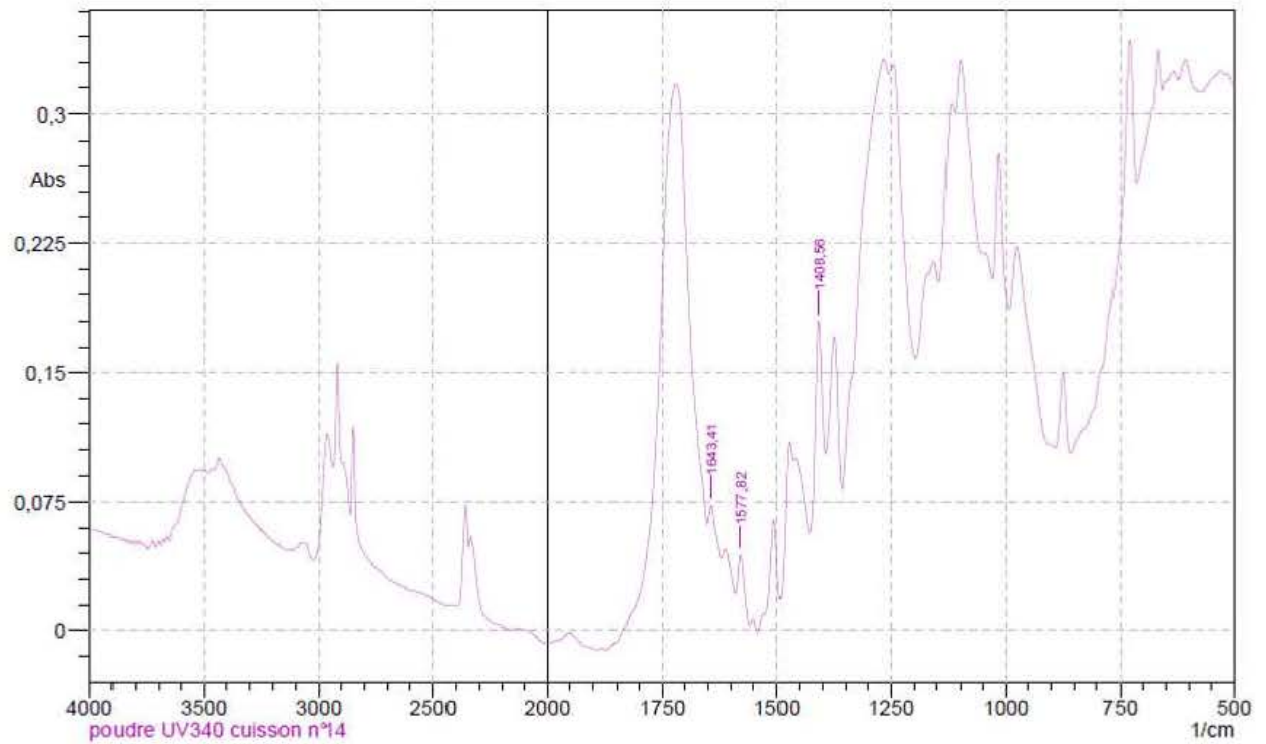


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,24889	0,10416	1429,3	1393,62	6,611034	1,576325
2	1576,86	0,099489	0,03777	1588,43	1541,66	3,079489	0,491481
3	1644,37	0,142665	0,014288	1652,09	1619,78	4,015382	0,20925

ANNEXES

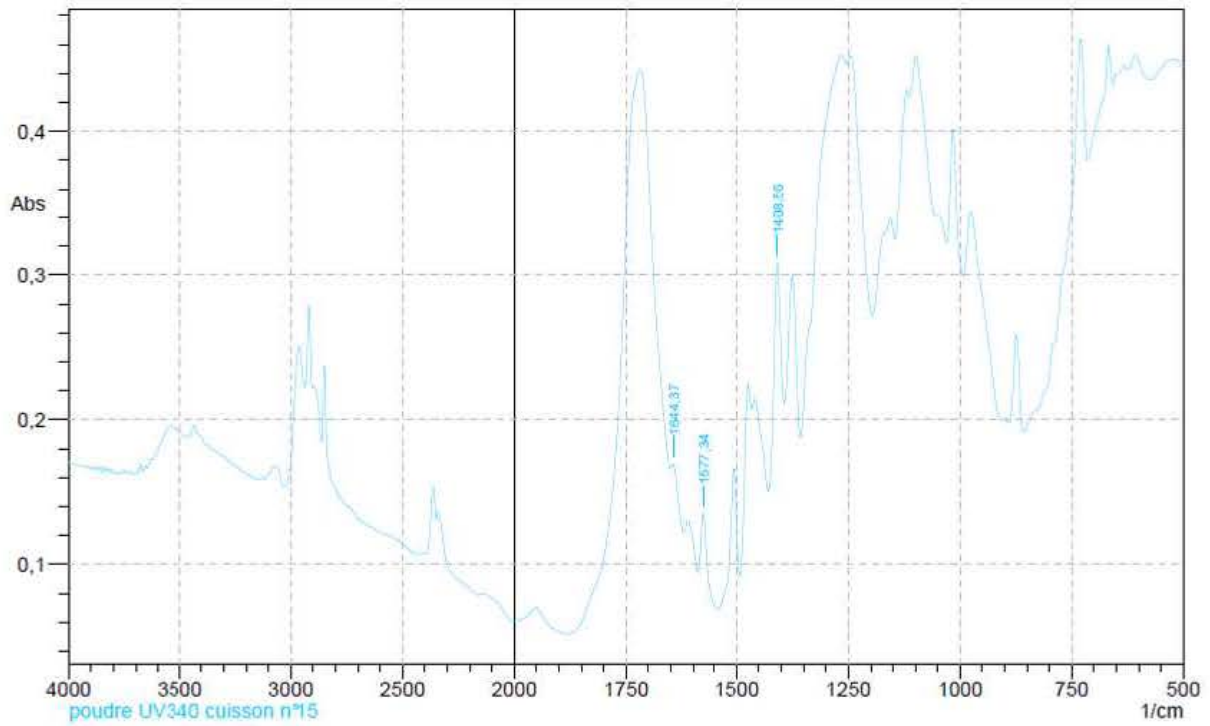


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,293147	0,089885	1428,82	1393,13	8,489725	1,345744
2	1577,34	0,170867	0,031995	1589,4	1541,18	6,839928	0,375583
3	1644,37	0,198553	0,010928	1652,09	1620,74	5,808883	0,143638

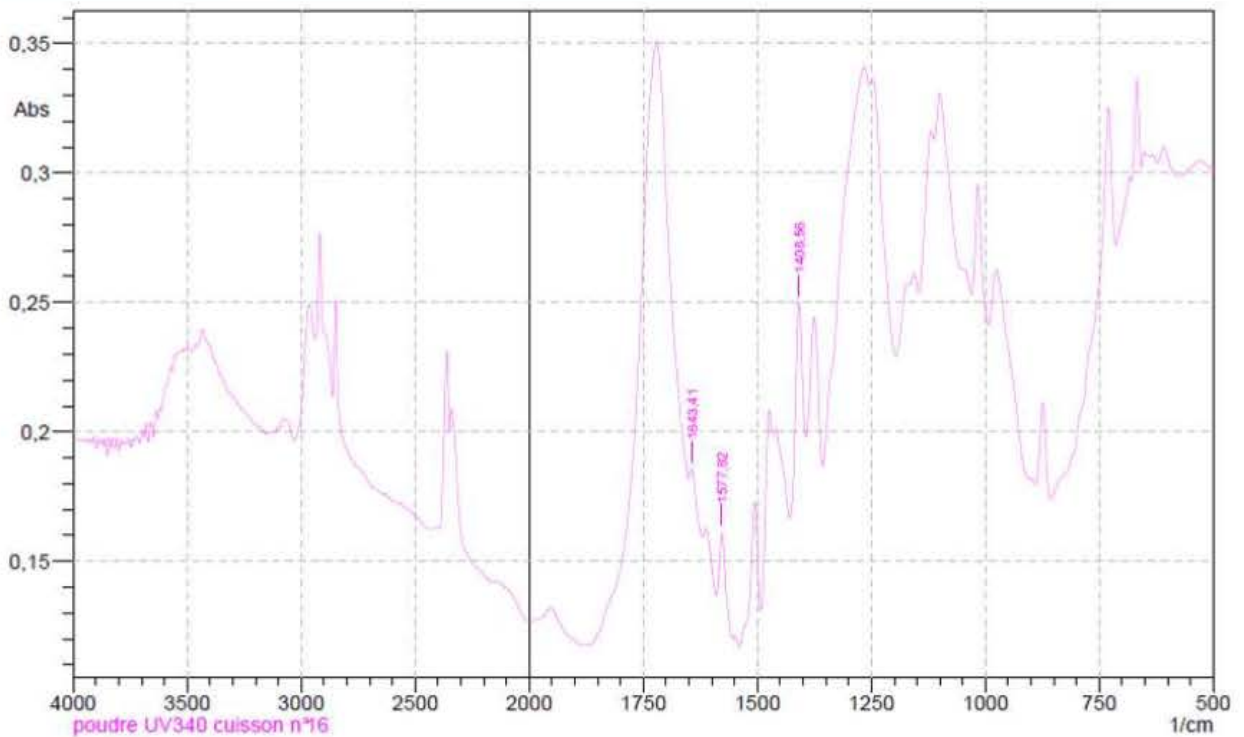


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,180235	0,096664	1428,82	1393,62	4,219122	1,398141
2	1577,82	0,04424	0,029504	1589,4	1558,05	0,807242	0,423893
3	1643,41	0,072969	0,016353	1652,57	1620,26	1,915758	0,225606

ANNEXES

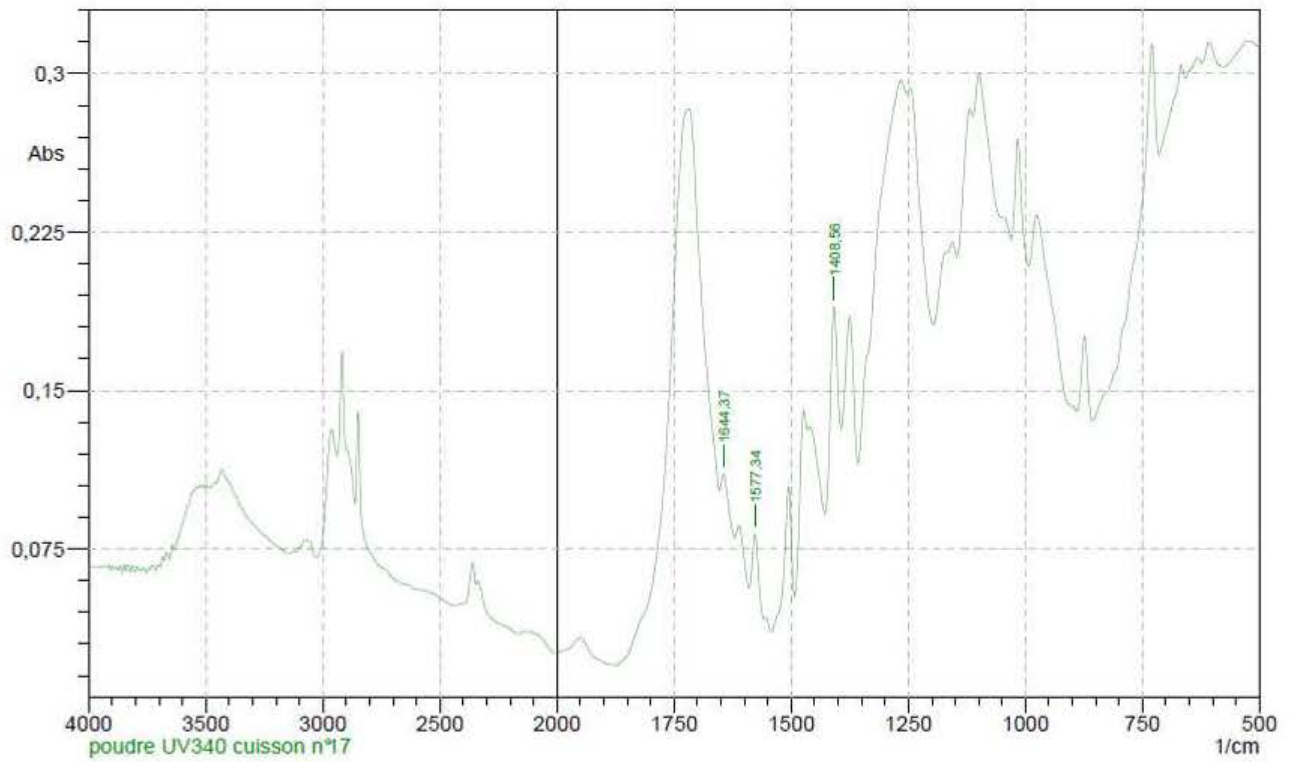


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,308151	0,123003	1428,82	1393,13	8,324118	1,864587
2	1577,34	0,13522	0,04686	1589,4	1538,76	4,690958	0,55858
3	1644,37	0,169183	0,013838	1651,6	1621,22	4,539475	0,167358

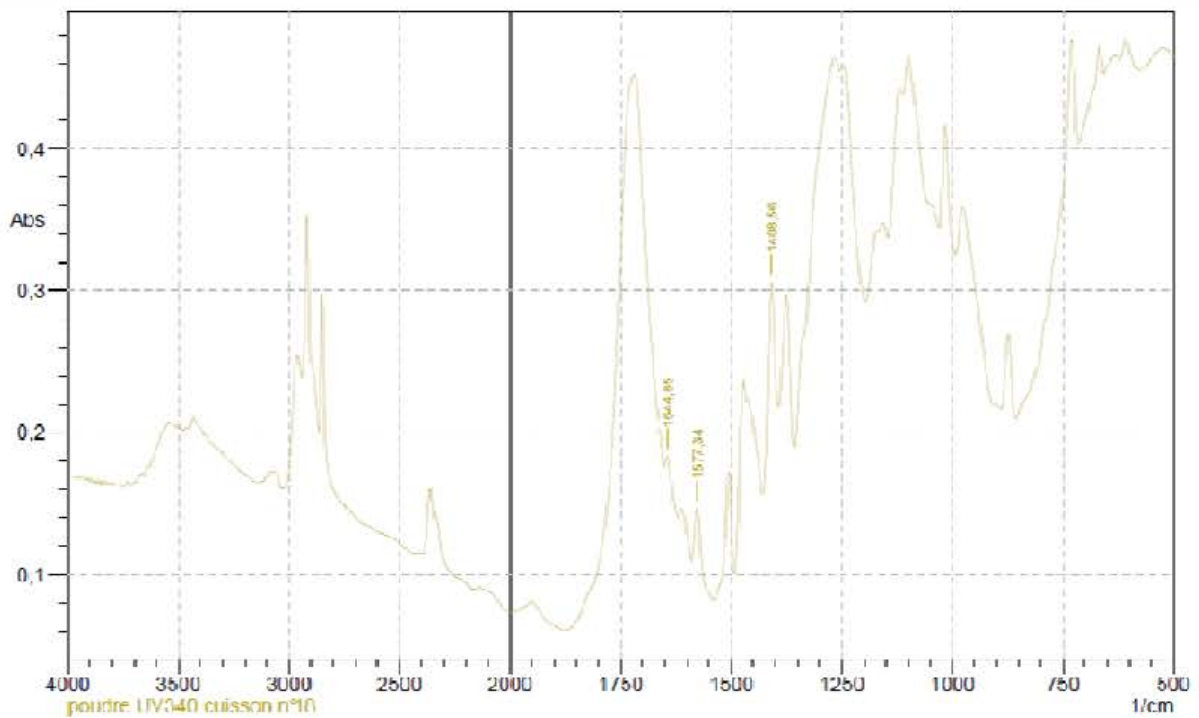


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,249721	0,064696	1429,3	1393,62	7,479891	0,968134
2	1577,82	0,160998	0,029793	1589,88	1553,71	5,063905	0,418652
3	1643,41	0,185485	0,009284	1651,12	1620,74	5,291857	0,107856

ANNEXES

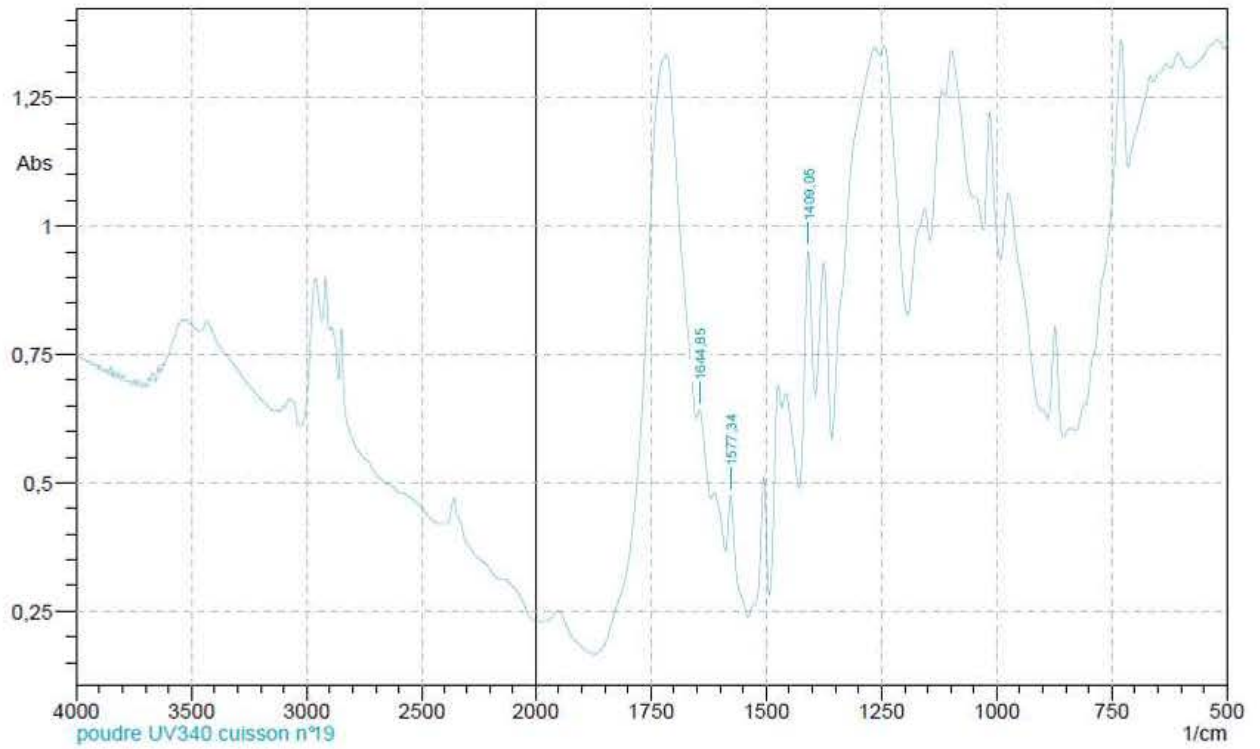


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,189751	0,074933	1428,34	1393,62	5,011865	1,122439
2	1577,34	0,081929	0,031121	1589,88	1558,05	1,990273	0,422485
3	1644,37	0,110444	0,013777	1653,05	1620,74	3,150058	0,193464

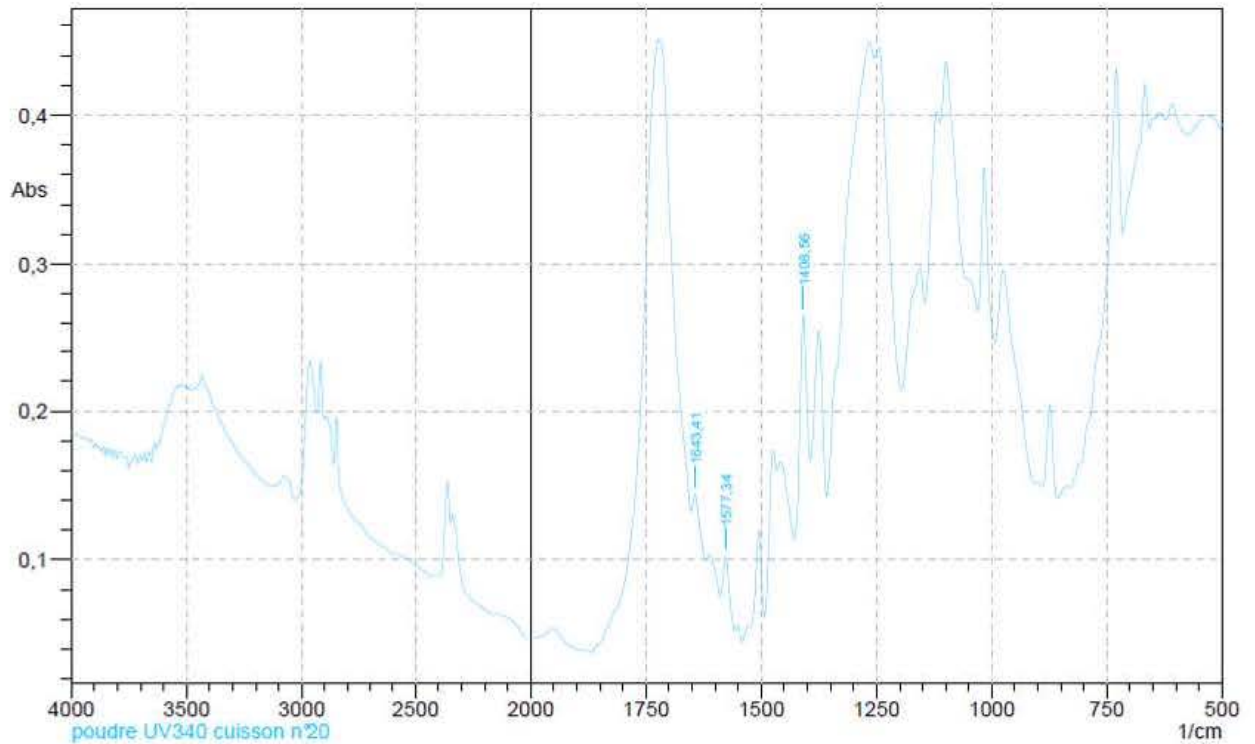


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,30526	0,115637	1428,34	1393,13	8,305499	1,729316
2	1577,34	0,146464	0,043491	1589,4	1540,21	5,272591	0,568152
3	1644,85	0,18308	0,016531	1652,57	1620,74	5,237057	0,200924

ANNEXES

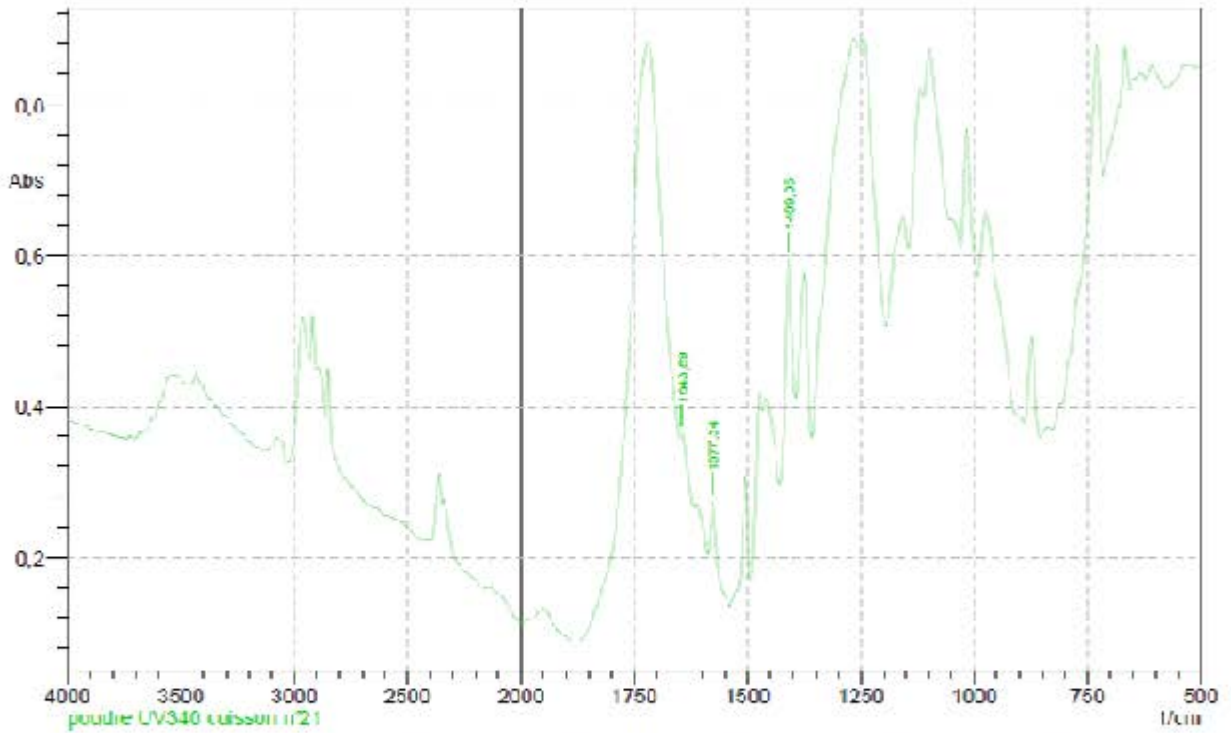


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,9515	0,3588	1429,3	1393,62	26,2096	5,5019
2	1577,34	0,4737	0,1361	1588,43	1539,73	16,5872	1,8378
3	1644,85	0,6405	0,0471	1651,6	1619,29	18,4185	0,7259

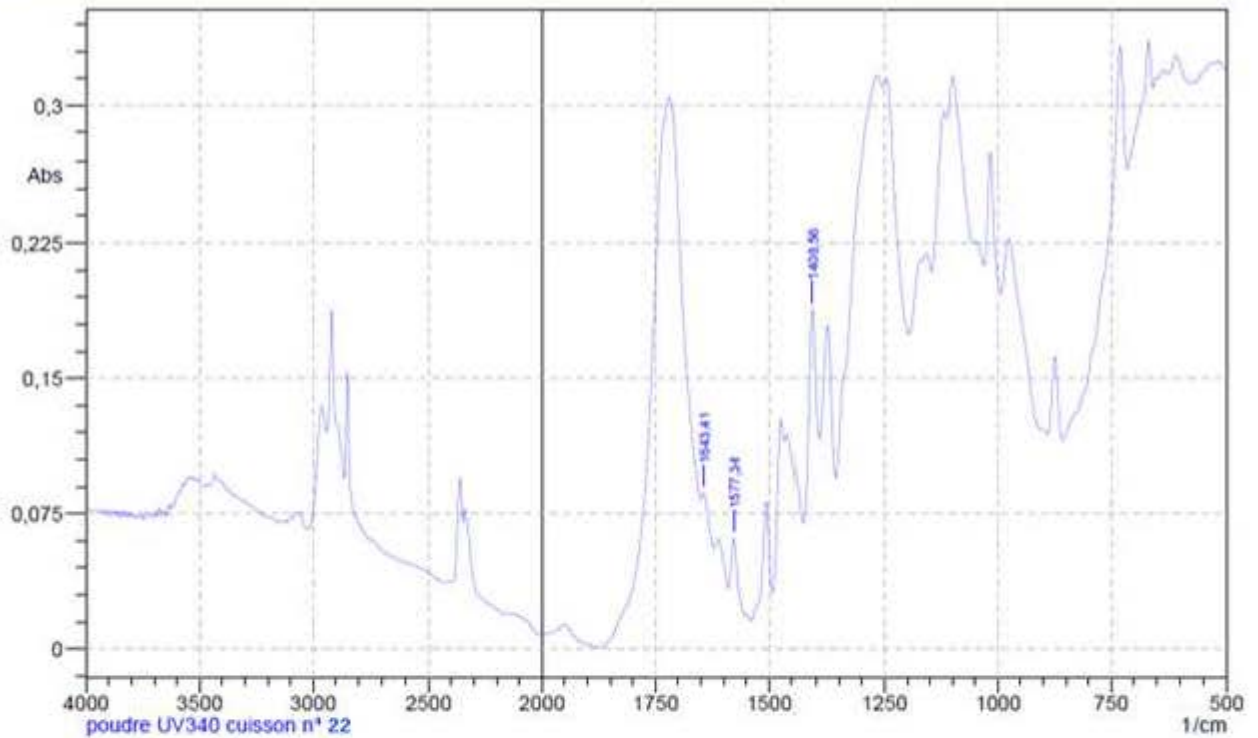


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,265095	0,119871	1428,82	1393,62	6,724742	1,754121
2	1577,34	0,10205	0,035274	1588,91	1558,05	2,465546	0,494114
3	1643,41	0,143729	0,020894	1652,57	1619,78	4,09242	0,300984

ANNEXES

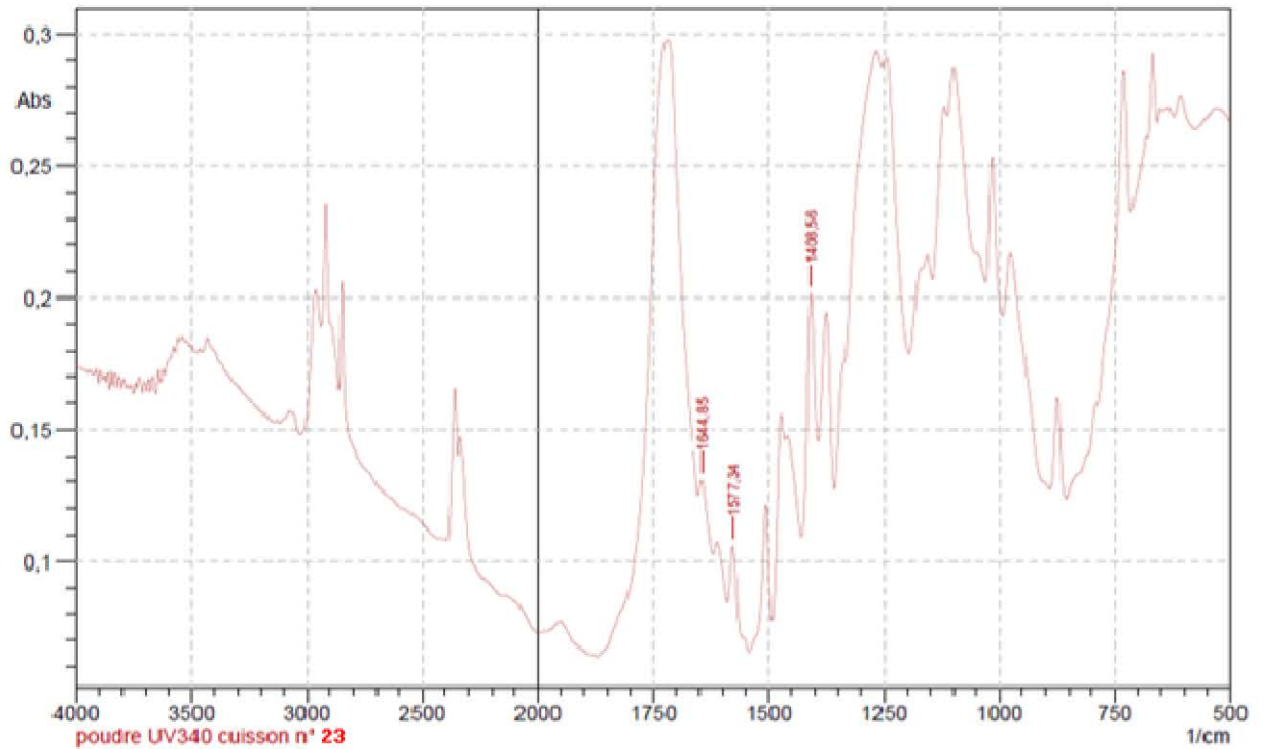


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,5953	0,2331	1429,3	1393,62	16,1776	3,5329
2	1577,34	0,274	0,0847	1588,43	1539,25	9,4553	1,0836
3	1643,89	0,3647	0,0301	1651,12	1619,29	10,2869	0,4216

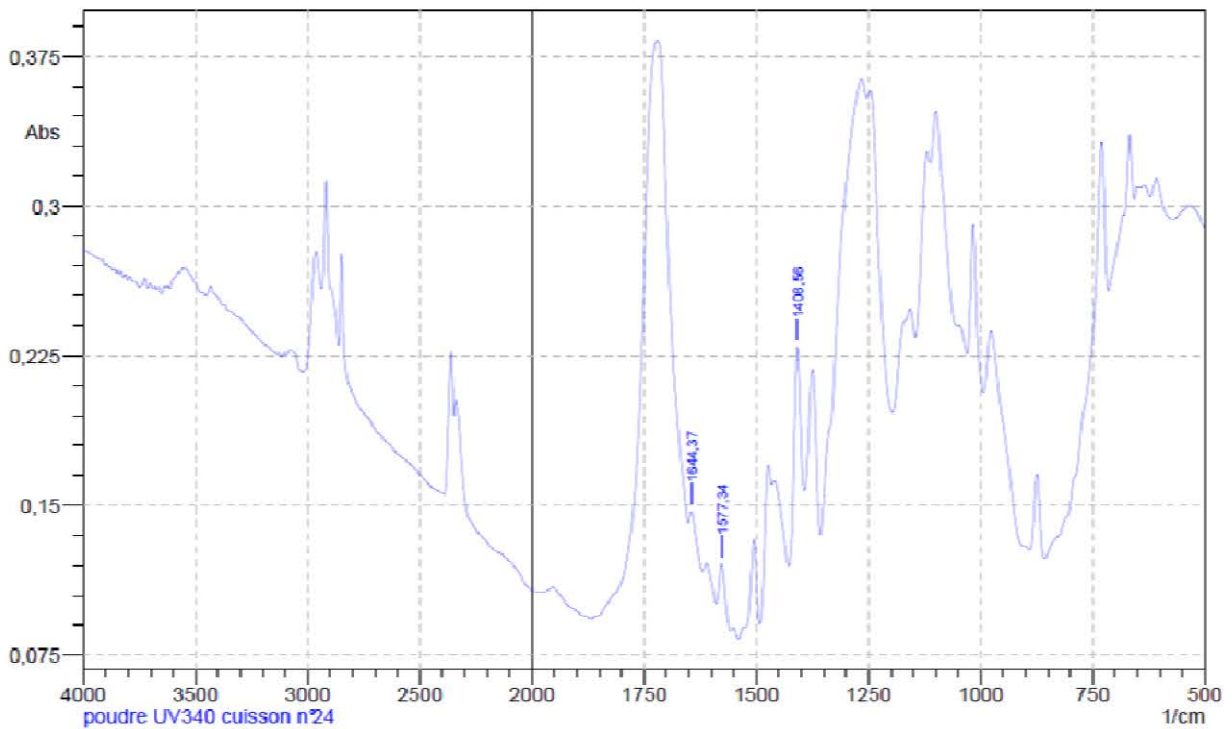


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,18826	0,091584	1428,82	1393,13	4,695907	1,358602
2	1577,34	0,061333	0,032295	1589,4	1552,27	1,418991	0,441451
3	1643,41	0,086268	0,010764	1651,6	1620,74	2,271637	0,135776

ANNEXES

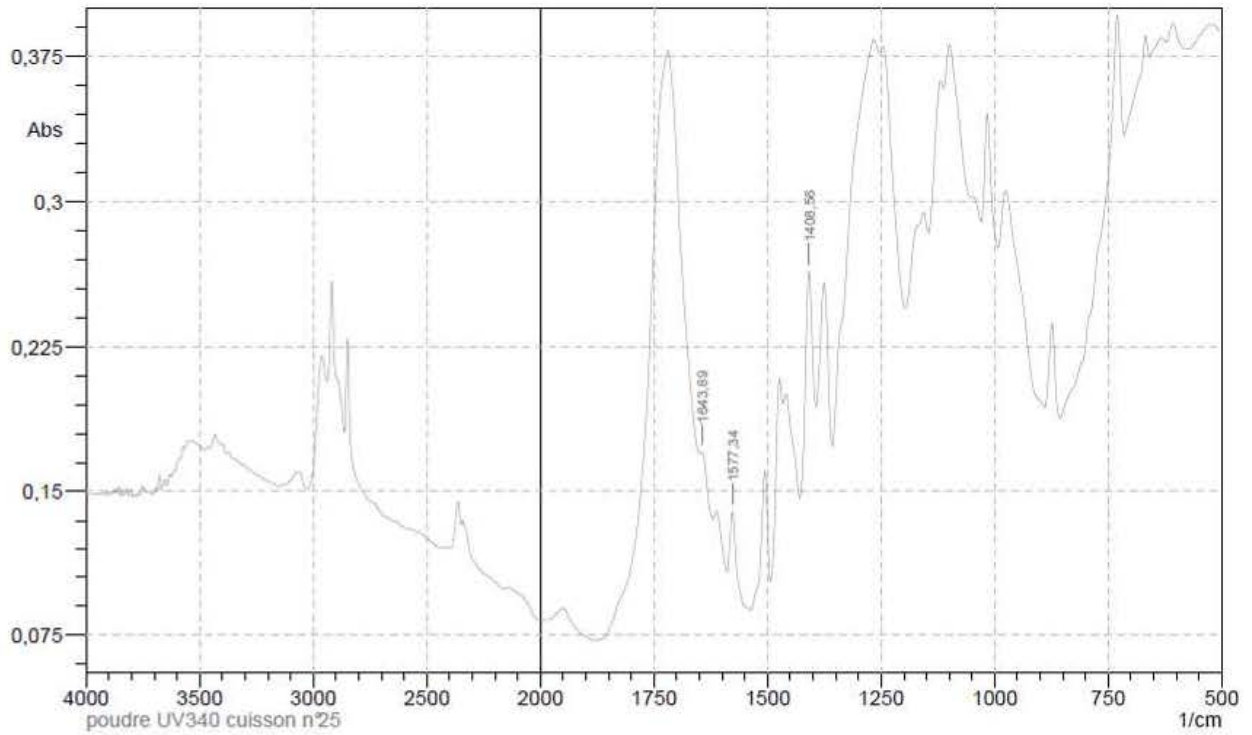


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,201498	0,071361	1428,82	1393,62	5,540136	1,05473
2	1577,34	0,105734	0,02665	1589,4	1558,05	2,787634	0,357293
3	1644,85	0,130546	0,011142	1653,05	1620,74	3,832327	0,153532

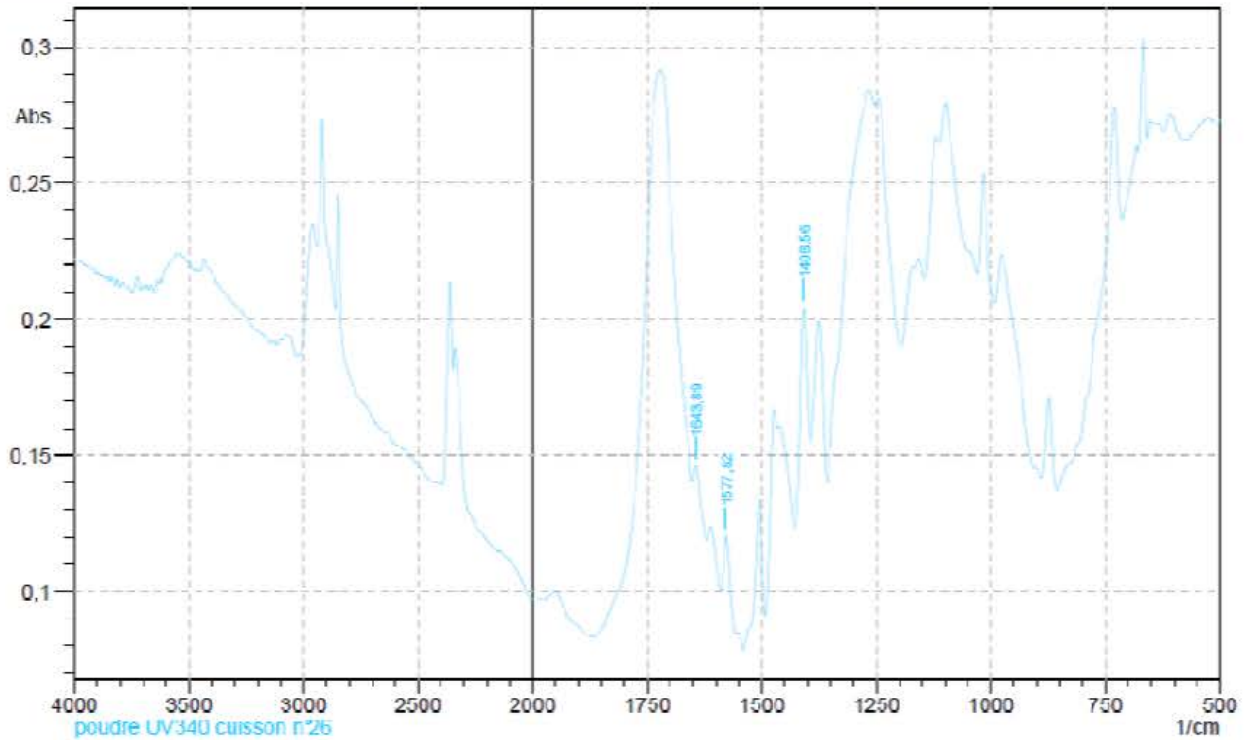


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,229333	0,088362	1428,34	1393,13	6,150879	1,269959
2	1577,34	0,120834	0,024978	1589,4	1557,57	3,343628	0,345057
3	1644,37	0,146919	0,011629	1652,57	1620,26	4,337575	0,160185

ANNEXES

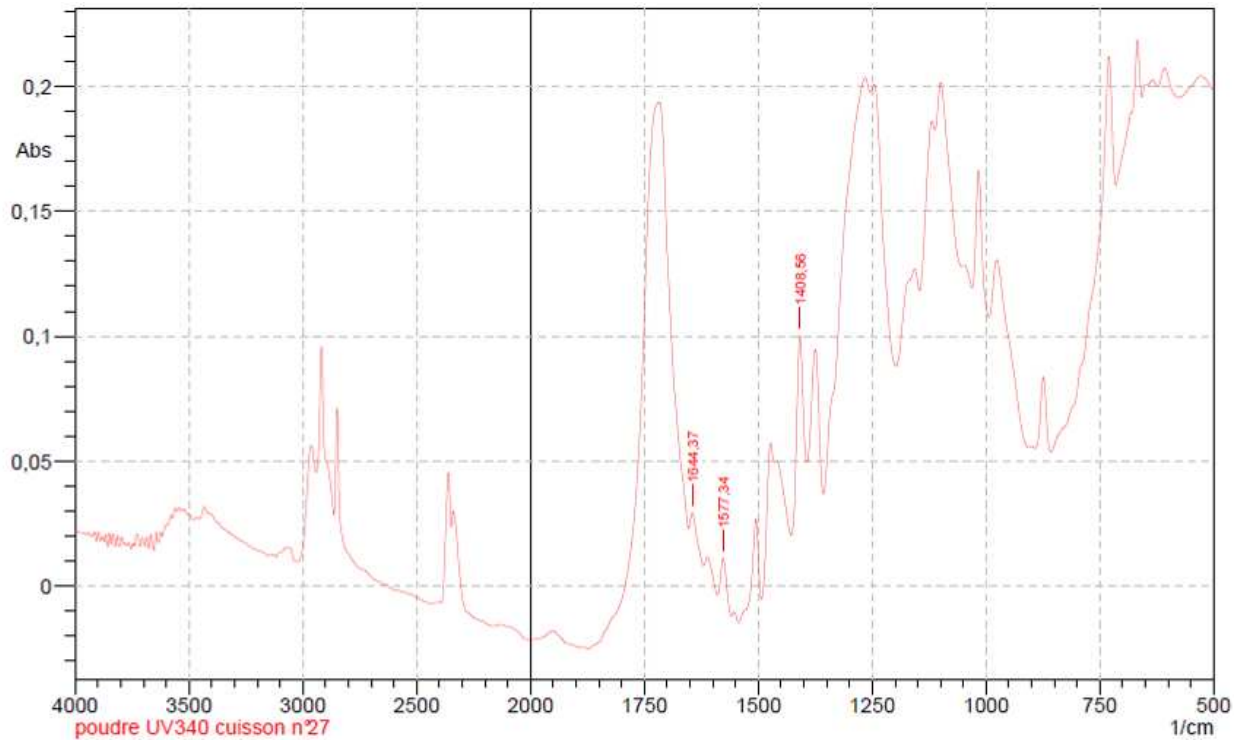


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,263936	0,090047	1428,82	1393,13	7,474873	1,383231
2	1577,34	0,139792	0,0374	1589,4	1548,41	4,545739	0,501169
3	1643,89	0,170463	0,007992	1650,16	1620,74	4,591106	0,096253



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,204235	0,06289	1428,34	1393,62	5,766786	0,935858
2	1577,82	0,120474	0,026029	1589,88	1557,09	3,396338	0,367278
3	1643,89	0,146079	0,011552	1652,57	1620,25	4,337569	0,151472

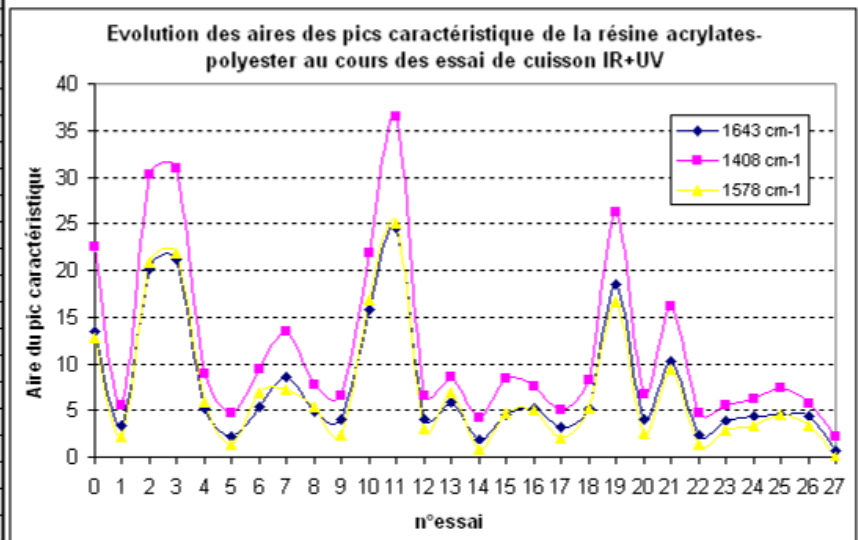
ANNEXES



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1408,56	0,100508	0,063832	1427,85	1393,13	2,139493	0,922389
2	1577,34	0,011102	0,018327	1589,4	1559,98	0,022732	0,257486
3	1644,37	0,029402	0,010307	1653,05	1620,26	0,653868	0,141607

⇒ Les aires des pics caractéristiques des spectres IR de la poudre UV340 blanc 657 :

Essai de cuisson	Aires des pics UV		
	1643 cm ⁻¹	1408 cm ⁻¹	1578 cm ⁻¹
0	13,49	22,51	12,83
1	3,4	5,59	2,12
2	20,09	30,26	20,9
3	21,11	30,99	21,78
4	5,19	8,97	5,92
5	2,24	4,71	1,42
6	5,43	9,35	6,89
7	8,54	13,44	7,25
8	4,87	7,68	5,37
9	3,95	6,57	2,41
10	15,81	21,83	16,74
11	24,59	36,52	25,07
12	4,01	6,61	3,08
13	5,81	8,49	6,84
14	1,92	4,22	0,81
15	4,54	8,32	4,89
16	5,29	7,48	5,06
17	3,15	5,01	1,99
18	5,23	8,3	5,27
19	18,42	26,21	16,59
20	4,09	6,72	2,46
21	10,3	16,18	9,45
22	2,27	4,7	1,42
23	3,83	5,54	2,79
24	4,34	6,15	3,34
25	4,59	7,47	4,55
26	4,34	5,77	3,4
27	0,65	2,14	0,02
	Acrylates	Polysters	

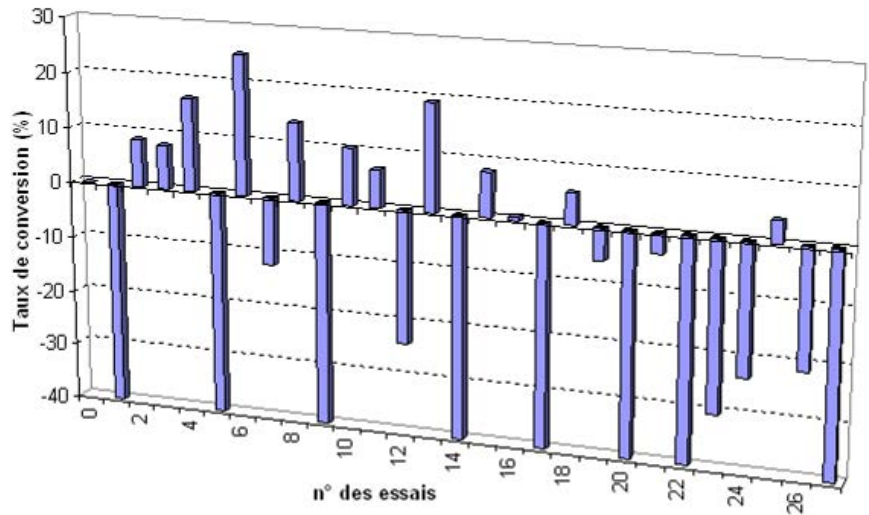


ANNEXES

⇒ Tableaux des effets des facteurs de la cuisson sur le taux de conversion :

Résultats taux de conversion FTIR:

Essais	carac.: 1636 cm-1 (polyesters)	ref.: 1578 cm-1 (polyesters)	Taux de conversion (%)
0	13,49	12,83	0,00
1	3,4	2,12	-52,53
2	20,09	20,9	8,58
3	21,11	21,78	7,82
4	5,19	5,92	16,62
5	2,24	1,42	-50,03
6	5,43	6,89	25,05
7	8,54	7,25	-12,03
8	4,87	5,37	13,75
9	3,95	2,41	-55,88
10	15,81	16,74	10,18
11	24,59	25,07	6,71
12	4,01	3,08	-23,83
13	5,81	6,84	19,21
14	1,92	0,81	-125,44
15	4,54	4,89	7,93
16	5,29	5,06	0,57
17	3,15	1,99	-50,55
18	5,23	5,27	5,61
19	18,42	16,59	-5,60
20	4,09	2,46	-58,13
21	10,3	9,45	-3,66
22	2,27	1,42	-52,04
23	3,83	2,79	-30,56
24	4,34	3,34	-23,58
25	4,59	4,55	4,06
26	4,34	3,4	-21,40
27	0,65	0,02	-2990,99



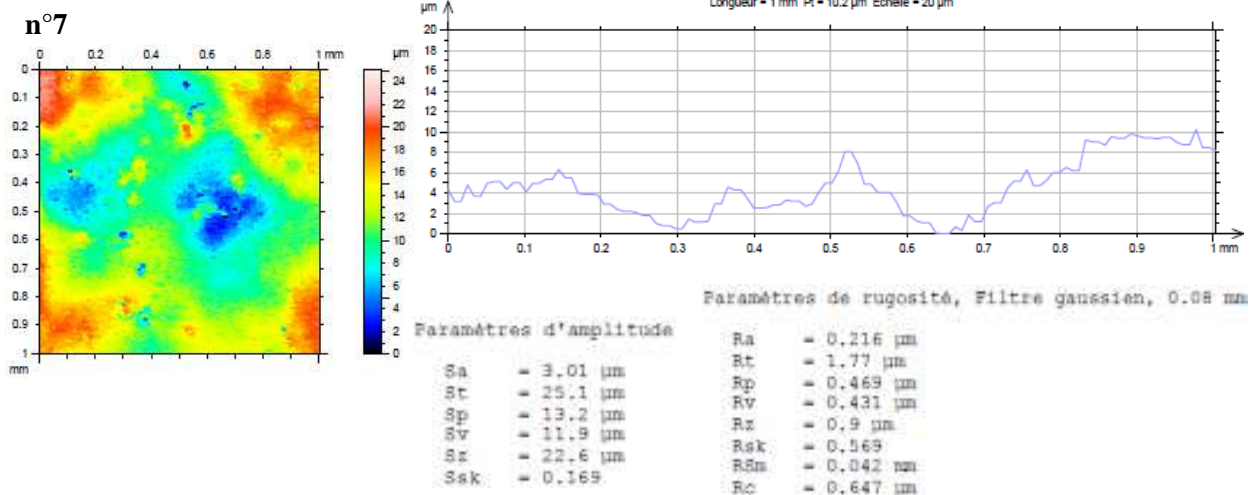
Effets des facteurs pour le taux de conversion FTIR:

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	-12,14	-4,10	-15,36	-25,18	-4,88	-13,46	-33,54	-2,20	-44,63	4,77	-44,87	-31,72	-27,34
	2	-18,44	-36,48	-3,72	-12,62	-38,02	1,88	-21,37	-14,02	-5,28	-24,39	1,32	-23,28	-0,66
	3	-17,55	-7,66	-28,30	-14,33	-3,70	-34,40	-0,97	-9,60	-1,23	-29,89	-7,61	9,93	-21,33

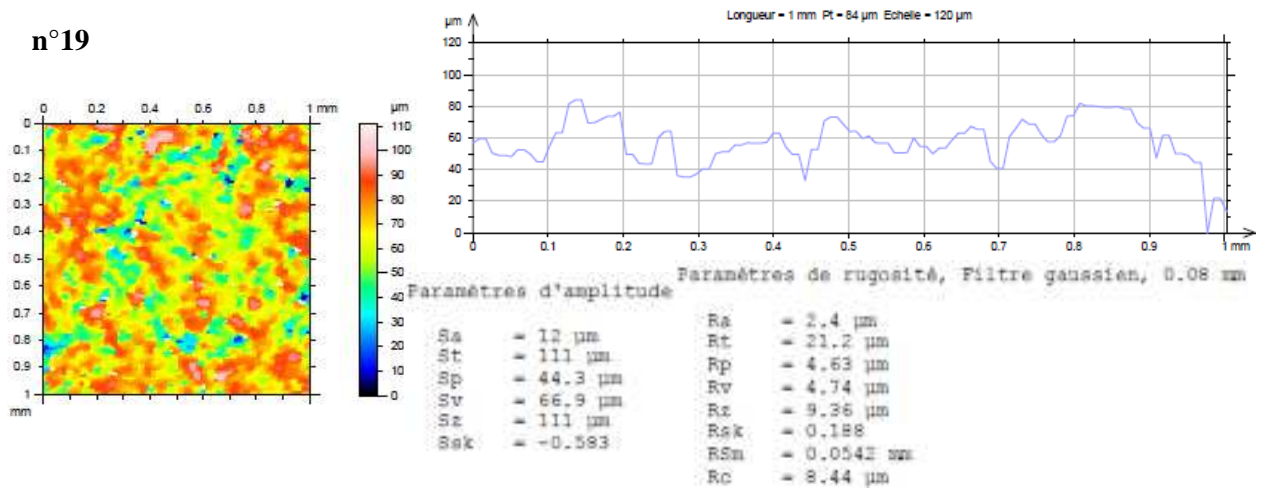
Annexe U.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface

⇒ La cartographie :

Essais	Nombre de robots UV	Epaisseur du feuil sec (µm)	Programme IR	Vitesse de balayage robots UV (%)	Puissance des extracteurs UV (%)	Vitesse d'avance (m/min)	Puissance de refroidissement (%)
7	4	100	3	60	80	80	80
19	2	100	1	60	70	100	80



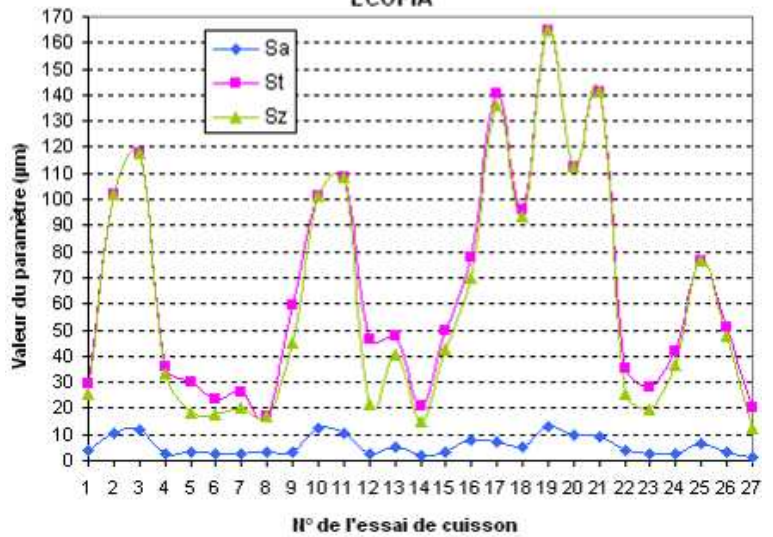
n°19



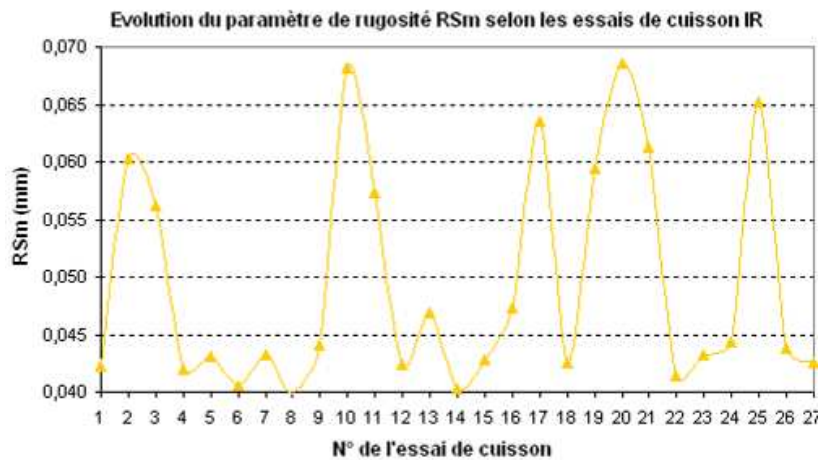
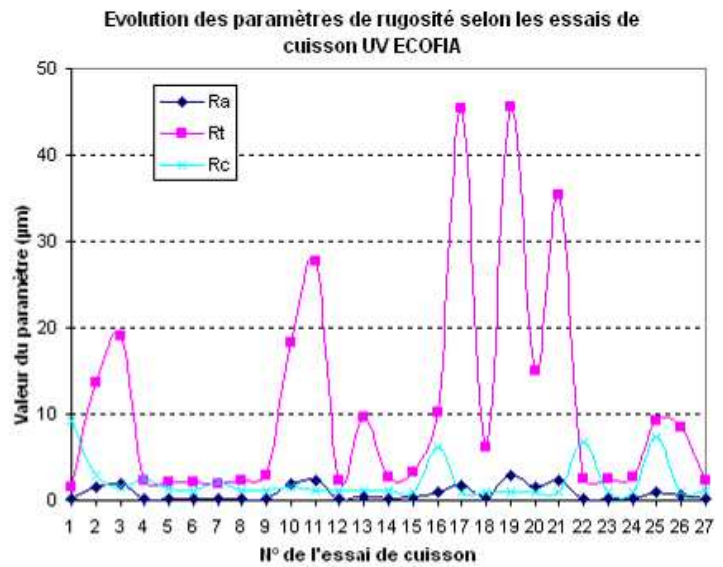
⇒ Résumé des paramètres d'amplitude et de rugosité :

Essai de cuisson	Paramètres d'amplitude		
	Sa	St	Sz
1	3,99	29,65	25,80
2	10,75	102,15	102,15
3	12,00	118,00	118,00
4	2,43	35,80	33,65
5	3,26	30,35	18,45
6	2,36	23,45	17,50
7	2,88	25,95	20,05
8	3,10	16,85	16,85
9	3,25	59,35	45,30
10	12,45	101,35	101,35
11	10,23	108,85	108,85
12	2,45	46,10	21,80
13	5,19	47,80	40,60
14	2,05	21,00	14,90
15	3,28	49,45	42,20
16	8,02	77,85	69,80
17	7,40	140,50	136,00
18	5,17	95,80	93,70
19	12,90	165,00	165,00
20	9,71	112,50	112,50
21	9,36	141,00	141,00
22	3,87	35,15	25,60
23	2,86	28,40	19,80
24	2,87	41,75	36,70
25	6,44	76,40	76,40
26	3,08	50,85	47,90
27	1,62	20,15	12,70
	3,16	33,51	26,30

Evolution des paramètres d'amplitude selon les essais de cuisson UV ECOFIA



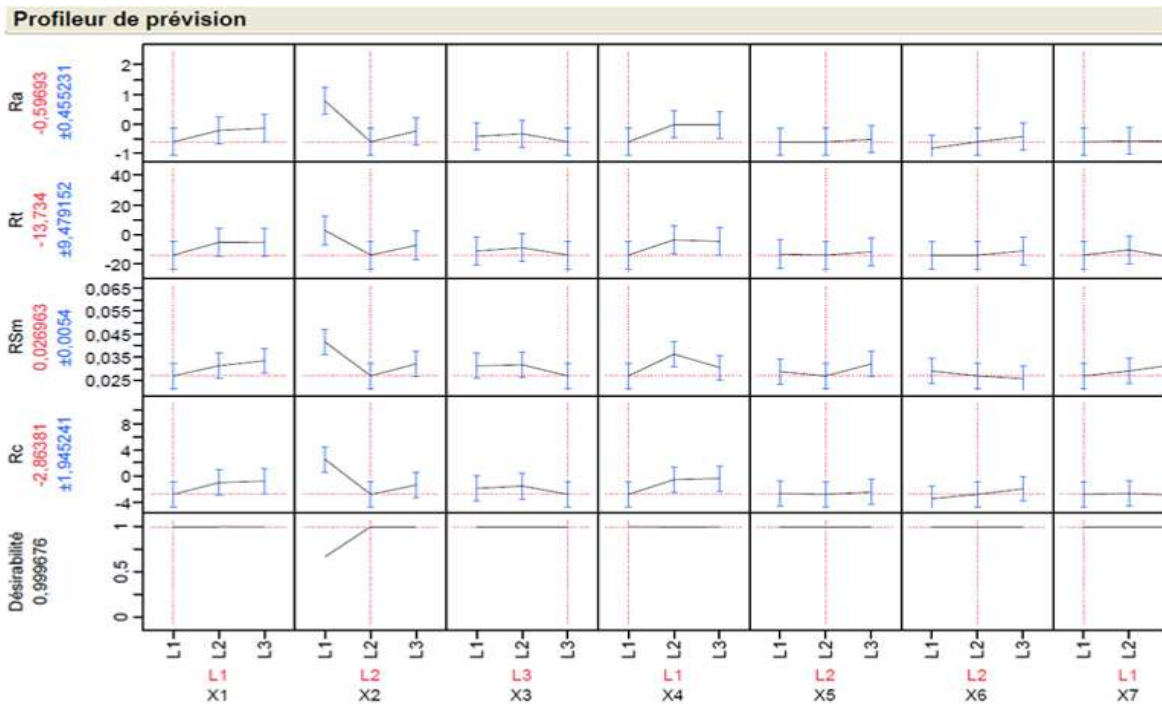
Essai de cuisson	Paramètres de rugosité			
	Ra	Rt	Rsm	Rc
1	0,198	1,556	0,042	0,662
2	1,547	13,668	0,060	5,347
3	1,858	19,083	0,056	6,728
4	0,231	2,337	0,042	0,754
5	0,210	2,048	0,043	0,757
6	0,233	2,132	0,041	0,789
7	0,194	1,865	0,043	0,667
8	0,236	2,238	0,040	0,798
9	0,262	2,830	0,044	0,910
10	1,843	18,217	0,068	7,075
11	2,340	27,683	0,057	9,741
12	0,247	2,262	0,042	0,793
13	0,409	9,602	0,047	2,013
14	0,227	2,682	0,040	0,734
15	0,303	3,283	0,043	1,006
16	0,964	10,148	0,047	3,666
17	1,680	45,360	0,063	7,020
18	0,459	6,208	0,043	1,596
19	2,875	45,500	0,059	11,720
20	1,505	15,030	0,069	5,943
21	2,288	35,350	0,061	8,772
22	0,200	2,413	0,041	0,675
23	0,216	2,563	0,043	0,770
24	0,259	2,745	0,044	0,955
25	0,896	9,233	0,065	3,423
26	0,641	8,533	0,044	2,658
27	0,229	2,363	0,042	0,783
	0,348	4,055	0,043	0,843



⇒ Criblage sur les paramètres de rugosité :

Essai de cuisson	Ra 1	Ra 2	Ra 3	Rt 1	Rt 2	Rt 3	RSm 1	RSm 2	RSm 3	Rc 1	Rc 2	Rc 3
1	0,221	0,197	0,177	1,675	1,610	1,382	0,042	0,044	0,041	0,698	0,663	0,626
2	1,620	1,610	1,410	16,100	12,950	11,955	0,060	0,065	0,056	5,160	5,695	5,185
3	1,625	1,860	2,090	16,700	22,850	17,700	0,056	0,054	0,059	5,425	6,940	7,820
4	0,171	0,267	0,256	1,425	3,010	2,575	0,037	0,047	0,041	0,533	0,875	0,854
5	0,238	0,219	0,173	2,345	1,900	1,900	0,043	0,044	0,043	0,870	0,770	0,633
6	0,239	0,280	0,181	2,155	2,535	1,705	0,044	0,041	0,037	0,845	0,900	0,623
7	0,192	0,194	0,196	1,610	1,800	2,185	0,042	0,048	0,040	0,623	0,708	0,670
8	0,278	0,202	0,229	3,015	1,725	1,975	0,046	0,038	0,036	1,011	0,684	0,700
9	0,273	0,273	0,241	3,275	2,840	2,375	0,041	0,046	0,045	0,892	0,997	0,840
10	1,515	2,090	1,925	14,350	21,000	19,300	0,067	0,068	0,069	5,955	7,710	7,560
11	2,095	1,955	2,970	18,150	18,250	46,650	0,057	0,058	0,057	7,760	7,884	13,580
12	0,206	0,265	0,269	1,385	2,285	3,115	0,043	0,041	0,044	0,696	0,849	0,834
13	0,229	0,355	0,644	2,280	11,010	15,515	0,046	0,047	0,048	0,846	2,650	2,542
14	0,169	0,219	0,292	1,415	3,435	3,195	0,040	0,042	0,039	0,513	0,776	0,912
15	0,246	0,342	0,323	3,660	3,820	2,370	0,045	0,046	0,038	0,767	1,116	1,135
16	0,293	0,833	1,765	2,400	8,345	19,700	0,039	0,047	0,056	0,972	3,220	6,805
17	0,929	1,291	2,820	36,365	38,765	60,950	0,056	0,056	0,078	4,300	4,830	11,930

18	0,642	0,320	0,415	7,620	4,300	6,705	0,046	0,043	0,039	2,470	1,068	1,250
19	2,395	2,820	3,410	23,750	48,400	64,350	0,058	0,057	0,064	9,720	10,790	14,650
20	1,350	1,570	1,595	12,250	14,650	18,190	0,064	0,074	0,068	5,385	6,790	5,655
21	2,415	2,430	2,020	35,100	40,350	30,600	0,067	0,060	0,057	9,315	8,990	8,010
22	0,213	0,228	0,161	2,060	3,275	1,905	0,041	0,044	0,040	0,649	0,839	0,538
23	0,276	0,214	0,160	3,535	2,530	1,625	0,050	0,036	0,044	1,079	0,676	0,555
24	0,318	0,252	0,209	4,140	2,135	1,960	0,049	0,043	0,041	1,260	0,844	0,760
25	1,158	0,787	0,743	12,100	7,995	7,605	0,070	0,060	0,066	4,705	2,730	2,835
26	0,360	0,317	1,247	3,095	3,655	18,850	0,040	0,040	0,051	1,140	1,022	5,811
27	0,231	0,263	0,194	2,570	2,660	1,860	0,041	0,047	0,039	0,764	0,925	0,661
	min	0,160		min	1,382		min	0,036		min	0,513	
	max	3,41		max	64,35		max	0,08		max	14,65	



Annexe U.7. Criblage des essais des paramètres de la cuisson IR+UV

Somme de carrés séquentielle

Criblage pour Y1

Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X2	-0.892098	-10.31	<.0001*	<.0001*
X3	0.272166	3.15	0.0040*	0.2026
X6	0.257045	2.97	0.0064*	0.2892
X7	0.226805	2.62	0.0122*	0.5144
X1	0.226805	2.62	0.0122*	0.5144
X4	0.136083	1.57	0.1213	0.9990
X5	0.015120	0.17	0.8639	1.0000
X2*X2	0.375378	4.34	0.0003*	0.0153*
X2*X3	-0.185185	-2.14	0.0380*	0.8542
X3*X3	-0.069838	-0.81	0.4059	1.0000
X2*X6	-0.363076	-4.20	0.0003*	0.0225*
X3*X6	-0.259259	-3.00	0.0058*	0.2737
X6*X6	0.218243	2.52	0.0151*	0.5753
X2*X7	0.024691	0.29	0.7778	1.0000
X3*X7	-0.152258	-1.76	0.0841	0.9899
X6*X7	-0.049383	-0.57	0.5706	1.0000
X7*X7	-0.096027	-1.11	0.2608	1.0000
X2*X1	0.031834	0.37	0.7165	1.0000
X3*X1	0.113151	1.31	0.1904	1.0000
X6*X1	0.043649	0.50	0.6166	1.0000
X7*X1	0.226805	2.62	0.0122*	0.5144
X2*X4	0.021597	0.25	0.8063	1.0000
X3*X4	0.123551	1.43	0.1556	1.0000
X1*X4	-0.059222	-0.68	0.4835	1.0000
X3*X5	0.065473	0.76	0.4354	1.0000
X3*X3*X6	-0.166323	-1.92	0.0581	0.9570

Criblage pour Y2

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X2	0,102818		24,30	<,0001*	<,0001*
X4	-0,043849		-10,36	<,0001*	<,0001*
X1	-0,042337		-10,00	<,0001*	<,0001*
X7	-0,031753		-7,50	<,0001*	<,0001*
X5	-0,015120		-3,57	0,0014*	0,0809
X6	0,007560		1,79	0,0790	0,9869
X3	-0,006048		-1,43	0,1553	1,0000
X2*X2	-0,113486		-26,82	<,0001*	<,0001*
X2*X4	0,071444	*	16,88	<,0001*	<,0001*
X4*X4	0,041030		9,70	<,0001*	<,0001*
X2*X1	0,001852		0,44	0,6638	1,0000
X4*X1	-0,007027	*	-1,66	0,1002	0,9969
X1*X1	-0,003492		-0,83	0,4050	1,0000
X2*X7	-0,015779	*	-3,73	0,0010*	0,0566
X4*X7	0,028211	*	6,67	<,0001*	<,0001*
X1*X7	-0,000956	*	-0,23	0,8283	1,0000
X7*X7	-0,011349		-2,68	0,0131*	0,4722
X2*X5	-0,008585	*	-2,03	0,0464*	0,9206
X4*X5	-0,040489	*	-9,57	<,0001*	<,0001*
X1*X5	-0,020962	*	-4,95	0,0001*	0,0029*
X2*X6	0,072113	*	17,04	<,0001*	<,0001*
X4*X6	-0,023588	*	-5,57	<,0001*	0,0005*
X1*X6	0,012096	*	2,86	0,0086*	0,3512
X5*X6	0,008607	*	2,03	0,0460*	0,9183
X4*X3	0,006415	*	1,52	0,1334	0,9997
X2*X2*X1	-0,036289	*	-8,58	<,0001*	<,0001*

Criblage pour Y3

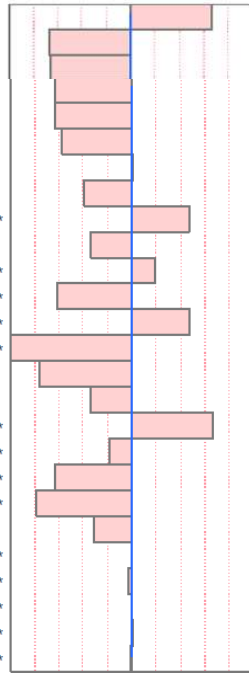
Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X2	0,771136		19,34	<,0001*	<,0001*
X4	-0,136083		-3,41	0,0026*	0,1225
X5	-0,136083		-3,41	0,0026*	0,1225
X3	0,090722		2,28	0,0299*	0,7655
X7	-0,090722		-2,28	0,0299*	0,7655
X6	-0,045361		-1,14	0,2468	1,0000
X1	-0,045361		-1,14	0,2468	1,0000
X2*X2	-0,497594		-12,48	<,0001*	<,0001*
X2*X4	0,035136	*	0,88	0,3664	1,0000
X4*X4	0,183324	*	4,60	<,0001*	0,0064*
X2*X5	-0,163970	*	-4,11	0,0006*	0,0241*
X4*X5	-0,011712	*	-0,29	0,7747	1,0000
X5*X5	0,026189	*	0,66	0,5188	1,0000
X2*X3	0,093697	*	2,35	0,0252*	0,7046
X4*X3	-0,035136	*	-0,88	0,3664	1,0000
X5*X3	-0,007808	*	-0,20	0,8488	1,0000
X3*X3	0,261891	*	6,57	<,0001*	<,0001*
X2*X7	0,059391	*	1,49	0,1366	0,9997
X4*X7	-0,068579	*	-1,72	0,0879	0,9930
X2*X6	-0,016498	*	-0,41	0,6845	1,0000
X4*X6	-0,085724	*	-2,15	0,0387*	0,8517
X7*X6	0,130946	*	3,28	0,0037*	0,1602
X2*X1	0,136083	*	3,41	0,0026*	0,1225
X4*X1	-0,284004	*	-7,12	<,0001*	<,0001*
X5*X1	0,142002	*	3,56	0,0020*	0,0896
X2*X4*X5	0,090722	*	2,28	0,0299*	0,7655

Criblage pour Y4

Contrastes

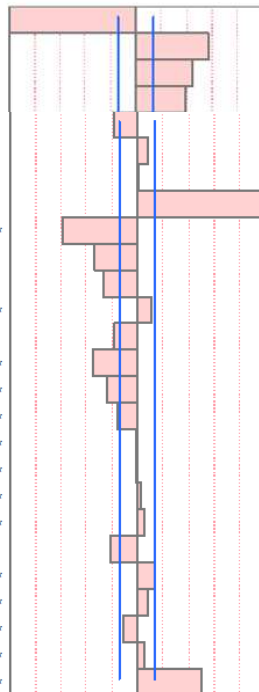
Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X4	144,715		2,6e+14	0,0000*	0,0000*
X5	-144,043		-3e+14	0,0000*	0,0000*
X1	-139,859		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X2	-135,919		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X3	-135,174		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X6	-121,680		-2e+14	0,0000*	0,0000*
X7	3,231		5,7e+12	0,0000*	0,0000*
X4*X4	-82,504		-1e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X5	102,601	*	1,8e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X5	-71,766		-1e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X1	40,637	*	7,2e+13	0,0000*	0,0000*
X5*X1	-132,648	*	-2e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X2	102,892	*	1,8e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X2	-214,383	*	-4e+14	0,0000*	0,0000*
X1*X2	-162,384		-3e+14	0,0000*	0,0000*
X2*X2	-73,111		-1e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X3	144,753	*	2,6e+14	0,0000*	0,0000*
X5*X3	-40,175	*	-7e+13	0,0000*	0,0000*
X1*X3	-135,065	*	-2e+14	0,0000*	0,0000*
X2*X3	-169,066	*	-3e+14	0,0000*	0,0000*
X3*X3	-65,707		-1e+14	0,0000*	0,0000*
X4*X6	-0,706	*	-1e+12	0,0000*	0,0000*
X5*X6	-7,009	*	-1e+13	0,0000*	0,0000*
X5*X7	-0,525	*	-9e+11	0,0000*	0,0000*
X1*X7	2,415	*	4,3e+12	0,0000*	0,0000*
X4*X5*X2	-2,139	*	-4e+12	0,0000*	0,0000*



Criblage pour Y5

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X2	-0,414659		-12,36	<,0001*	<,0001*
X4	0,236217		7,04	<,0001*	<,0001*
X1	0,187832		5,60	<,0001*	0,0006*
X6	0,162695		4,85	<,0001*	0,0043*
X3	-0,075798		-2,26	0,0301*	0,7805
X5	0,033900		1,01	0,3142	1,0000
X7	0,004876		0,15	0,8875	1,0000
X2*X2	0,410724		12,24	<,0001*	<,0001*
X2*X4	-0,243531	*	-7,26	<,0001*	<,0001*
X4*X4	-0,137506		-4,10	0,0004*	0,0248*
X2*X1	-0,110639		-3,30	0,0031*	0,1518
X4*X1	0,043557	*	1,30	0,1961	1,0000
X1*X1	-0,074966		-2,23	0,0317*	0,7985
X2*X6	-0,146531	*	-4,37	0,0002*	0,0131*
X4*X6	-0,098358	*	-2,93	0,0071*	0,3152
X1*X6	-0,066144	*	-1,97	0,0564	0,9414
X2*X3	-0,005900	*	-0,18	0,8645	1,0000
X4*X3	-0,006208	*	-0,18	0,8566	1,0000
X1*X3	0,010148	*	0,30	0,7643	1,0000
X6*X3	0,021169	*	0,63	0,5340	1,0000
X3*X3	-0,085219		-2,54	0,0170*	0,5742
X2*X5	0,056168	*	1,67	0,1018	0,9960
X4*X5	0,036239	*	1,08	0,2827	1,0000
X2*X7	-0,043539	*	-1,30	0,1964	1,0000
X1*X7	0,020428	*	0,61	0,5479	1,0000
X2*X2*X1	0,210785	*	6,28	<,0001*	<,0001*



Annexe U.8. Ajustement selon le critère des moindres carrés - cuisson IR+UV Ecofia

• Adhérence du feuil sec : Y1

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,9382716		0,082901	35,44	<,0001*
X1[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X1[L2]	-0,234568		0,11724	-2,00	0,0495*
X1[L3]	0,3950617		0,11724	3,37	0,0013*
X2[L1]	1,3580247		0,11724	11,58	<,0001*
X2[L2]	-0,530864		0,11724	-4,53	<,0001*
X2[L3]	-0,82716		0,11724	-7,06	<,0001*
X3[L1]	-0,362716		0,11724	-3,26	0,0017*
X3[L2]	0,0987654		0,11724	0,84	0,4026
X3[L3]	0,2839506		0,11724	2,42	0,0182*
X4[L1]	-0,419753		0,11724	-3,58	0,0006*
X4[L2]	0,5061728		0,11724	4,32	<,0001*
X4[L3]	-0,08642		0,11724	-0,74	0,4637
X5[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X5[L2]	0,2839506		0,11724	2,42	0,0182*
X5[L3]	-0,123457		0,11724	-1,05	0,2962
X6[L1]	-0,160494		0,11724	-1,37	0,1757
X6[L2]	-0,308642		0,11724	-2,63	0,0105*
X6[L3]	0,4691358		0,11724	4,00	0,0002*
X7[L1]	-0,345679		0,11724	-2,95	0,0044*
X7[L2]	0,1358025		0,11724	1,16	0,2509
X7[L3]	0,2098765	0,11724	1,79	0,0780	

• Résistance à la rayure : Y2

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,4061728		0,014645	27,73	<,0001*
X1[L1]	0,0493827		0,020712	2,38	0,0200*
X1[L2]	0,0049383		0,020712	0,24	0,8123
X1[L3]	-0,054321		0,020712	-2,62	0,0108*
X2[L1]	-0,206173		0,020712	-9,95	<,0001*
X2[L2]	0,1604938		0,020712	7,75	<,0001*
X2[L3]	0,045679		0,020712	2,21	0,0309*
X3[L1]	0,0234568		0,020712	1,13	0,2615
X3[L2]	-0,032099		0,020712	-1,55	0,1260
X3[L3]	0,008642		0,020712	0,42	0,6779
X4[L1]	0,082716		0,020712	3,99	0,0002*
X4[L2]	-0,058025		0,020712	-2,80	0,0067*
X4[L3]	-0,024691		0,020712	-1,19	0,2375
X5[L1]	0,0012346		0,020712	0,06	0,9526
X5[L2]	0,0345679		0,020712	1,67	0,0999
X5[L3]	-0,035802		0,020712	-1,73	0,0886
X6[L1]	-0,035802		0,020712	-1,73	0,0886
X6[L2]	0,0530864		0,020712	2,56	0,0127*
X6[L3]	-0,017284		0,020712	-0,83	0,4070
X7[L1]	0,0308642		0,020712	1,49	0,1409
X7[L2]	0,0160494		0,020712	0,77	0,4412
X7[L3]	-0,046914	0,020712	-2,27	0,0268*	


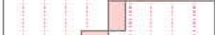
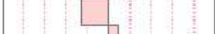
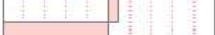
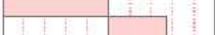
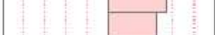

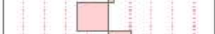
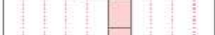
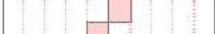

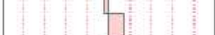
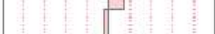


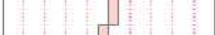
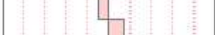
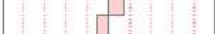

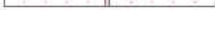


•

•

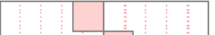

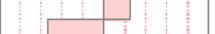
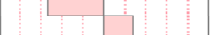
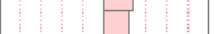
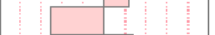
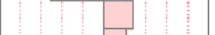
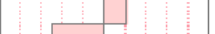

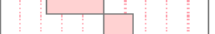
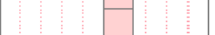
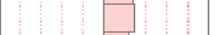
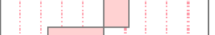
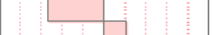
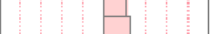
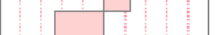
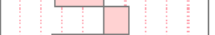
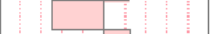
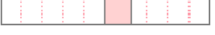



•

•

• Résistance à l'acétone : Y3

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,5555556		0,052774	48,42	<,0001*
X1[L1]	0,2222222		0,074633	2,98	0,0041*
X1[L2]	-0,3333333		0,074633	-4,47	<,0001*
X1[L3]	0,1111111		0,074633	1,49	0,1413
X2[L1]	-1,296296		0,074633	-17,37	<,0001*
X2[L2]	0,7037037		0,074633	9,43	<,0001*
X2[L3]	0,5925926		0,074633	7,94	<,0001*
X3[L1]	0,0740741		0,074633	0,99	0,3246
X3[L2]	-0,37037		0,074633	-4,96	<,0001*
X3[L3]	0,2962963		0,074633	3,97	0,0002*
X4[L1]	0,2962963		0,074633	3,97	0,0002*
X4[L2]	-0,259259		0,074633	-3,47	0,0009*
X4[L3]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214
X5[L1]	0,1851852		0,074633	2,48	0,0156*
X5[L2]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214
X5[L3]	-0,148148		0,074633	-1,99	0,0513
X6[L1]	0		0,074633	0,00	1,0000
X6[L2]	0,1111111		0,074633	1,49	0,1413
X6[L3]	-0,1111111		0,074633	-1,49	0,1413
X7[L1]	0,1851852		0,074633	2,48	0,0156*
X7[L2]	-0,148148		0,074633	-1,99	0,0513
X7[L3]	-0,037037		0,074633	-0,50	0,6214

• Taux de réticulation : Y4

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	-127,043		47,2657	-2,69	0,0091*
X1[L1]	116,08185		66,8438	1,74	0,0871
X1[L2]	110,41963		66,8438	1,65	0,1033
X1[L3]	-226,5015		66,8438	-3,39	0,0012*
X2[L1]	114,76963		66,8438	1,72	0,0907
X2[L2]	103,39407		66,8438	1,55	0,1267
X2[L3]	-218,1637		66,8438	-3,26	0,0017*
X3[L1]	119,09185		66,8438	1,78	0,0794
X3[L2]	92,924074		66,8438	1,39	0,1691
X3[L3]	-212,0159		66,8438	-3,17	0,0023*
X4[L1]	-235,5781		66,8438	-3,52	0,0008*
X4[L2]	116,67852		66,8438	1,75	0,0855
X4[L3]	118,89963		66,8438	1,78	0,0799
X5[L1]	125,66963		66,8438	1,88	0,0645
X5[L2]	101,49185		66,8438	1,52	0,1337
X5[L3]	-227,1615		66,8438	-3,40	0,0012*
X6[L1]	94,680741		66,8438	1,42	0,1613
X6[L2]	108,69296		66,8438	1,63	0,1087
X6[L3]	-203,3737		66,8438	-3,04	0,0034*
X7[L1]	102,56185		66,8438	1,53	0,1297
X7[L2]	-213,037		66,8438	-3,19	0,0022*
X7[L3]	110,47519		66,8438	1,65	0,1031

•

•

•

•

•

• Rugosité de surface : Y5

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,8351852		0,058878	14,19	<,0001*
X1[L1]	-0,283056		0,083266	-3,40	0,0011*
X1[L2]	0,1060185		0,083266	1,27	0,2074
X1[L3]	0,177037		0,083266	2,13	0,0372*
X2[L1]	0,7982778		0,083266	9,59	<,0001*
X2[L2]	-0,580852		0,083266	-6,98	<,0001*
X2[L3]	-0,217426		0,083266	-2,61	0,0112*
X3[L1]	0,0325741		0,083266	0,39	0,6969
X3[L2]	0,1205185		0,083266	1,45	0,1525
X3[L3]	-0,153093		0,083266	-1,84	0,0705
X4[L1]	-0,386537		0,083266	-4,64	<,0001*
X4[L2]	0,194463		0,083266	2,34	0,0226*
X4[L3]	0,1920741		0,083266	2,31	0,0242*
X5[L1]	-0,026796		0,083266	-0,32	0,7486
X5[L2]	-0,029444		0,083266	-0,35	0,7248
X5[L3]	0,0562407		0,083266	0,68	0,5018
X6[L1]	-0,205648		0,083266	-2,47	0,0161*
X6[L2]	0,0127778		0,083266	0,15	0,8785
X6[L3]	0,1928704		0,083266	2,32	0,0237*
X7[L1]	-0,012241		0,083266	-0,15	0,8836
X7[L2]	0,012537		0,083266	0,15	0,8808
X7[L3]	-0,000296	0,083266	-0,00	0,9972	

Annexe U.9. Paramètres de la cuisson IR+UV optimisés sur la poudre 340UV blanc

Paramètres de la cuisson IR+UV (ECOFA)		Tests de finition					MOYENNE
		Arrachement	Rayure	Acétone	Taux de conversion	Ra	
Fours IR	Programme IR	3	3	2	1	2	2,2
Tunnel UV	Nombre de robots en fonctionnement	3	2	4	4	4	3,4
	Puissance de la ventilation des extracteurs (%)	60	100	60	60	60	68
	Vitesse d'avance (m/min)	1,6	2	1,6	2	1,2	1,68
Refroidissement	Puissance de la ventilation (%)	60	80	60	80	60	68

Annexe U.10. Vérification des paramètres de cuisson IR+UV sur d'autres poudres

Poudres testées:

ref	Polyester insaturé	340UV	Blanc 657	grainé	MDF	9A351F	JA37977FU
	Polyester insaturé	340UV	Ivoire	grainé	MDF	9D350F	
	Polyester insaturé	340UV	Tilleul	grainé	MDF	9K351F	

• **Épaisseur du feuil :**

Résultats Épaisseur (NF EN ISO 2808) :

Essais	Épaisseur 1 (µm)	Épaisseur 2 (µm)	Épaisseur 3 (µm)	Moyenne (µm)	Étendue
Ivoire grainé	90	90	85	88,33	5
Tilleul grainé	130	125	125	126,67	5
Grenadine grainé	120	130	130	126,67	10
	moyenne :			113,89	6,67

• **Résistance à l'adhérence par quadrillage :**

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue
Ivoire grainé	2	1	2	1,67	1
Tilleul grainé	3	4	3	3,33	1
Grenadine grainé	4	3	3	3,33	1
moyenne :				2,78	1,00

• **Résistance à la rayure :****Résultats Rayure (NF EN 115186) :**

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue
Ivoire grainé	1	1	1	0,87	0
Tilleul grainé	1	1	1	0,77	0
Grenadine grainé	1	1	1	0,93	0
moyenne :				0,86	0,10

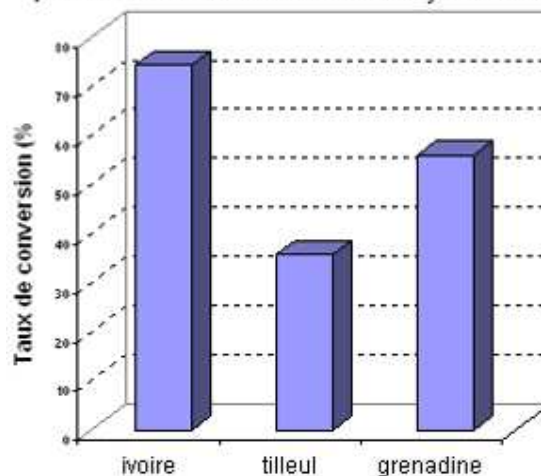
• **Résistance à l'acétone :****Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :**

Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
Ivoire grainé	3	3	3	3,00	0
Tilleul grainé	2	2	2	2,00	0
Grenadine grainé	3	4	4	3,67	1
moyenne :				2,89	0,33

• **Taux de conversion :**

Essai de cuisson	Aires des pics UV				Taux de conversion (%)
	poudre brute		poudre cuite		
	carac: 1636 cm-1: acrylates	ref: 1580 cm-1: polyesters	carac: 1636 cm-1: acrylates	ref: 1580 cm-1: polyesters	
ivoire	1,3611	1,9048	0,2733	1,479	74,1398639
tilleul	1,1623	3,2523	0,515	2,2377	35,6012069
grenadine	4,5029	1,5361	2,3999	1,8591	55,9630145

Evolution du taux de conversion de différentes poudres 340UV cuites de la même façon à ECOFIA



⇒ Les spectres FTIR :

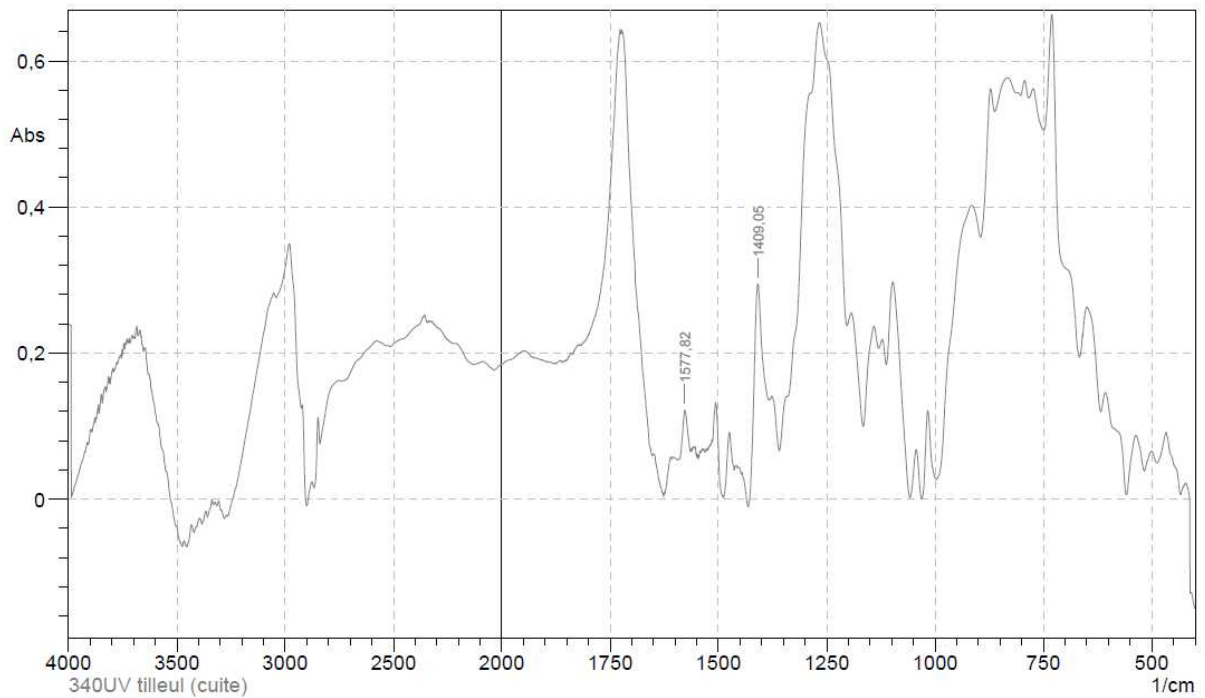
ANNEXES

• Ivoire 340UV :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,3099	0,2358	1428,34	1385,42	8,1687	4,666
2	1577,82	0,0966	0,0629	1589,88	1567,21	1,479	0,7138

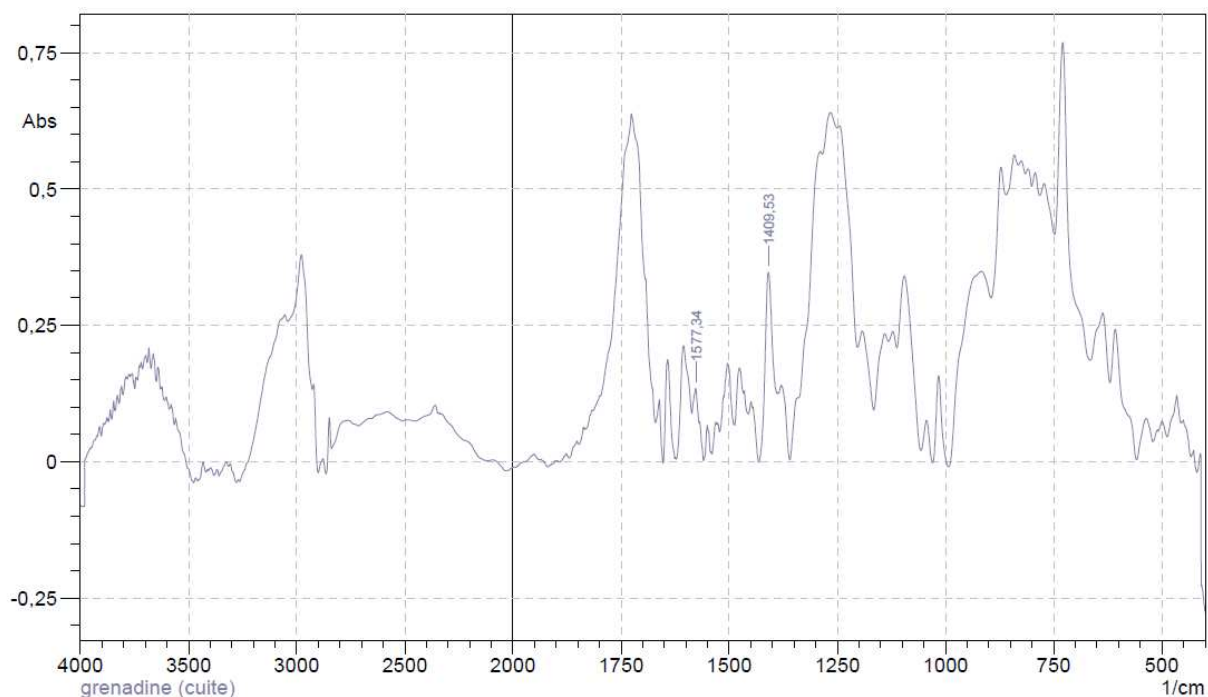
• Tilleul 340UV :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,2947	0,2347	1428,34	1385,42	7,5227	4,6485
2	1577,82	0,1221	0,0592	1592,77	1567,21	2,2377	0,664

• Grenadine 340UV :

ANNEXES



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,53	0,3477	0,2844	1431,23	1388,79	7,4854	4,8581
2	1577,34	0,1347	0,0558	1586,5	1569,14	1,8591	0,4801

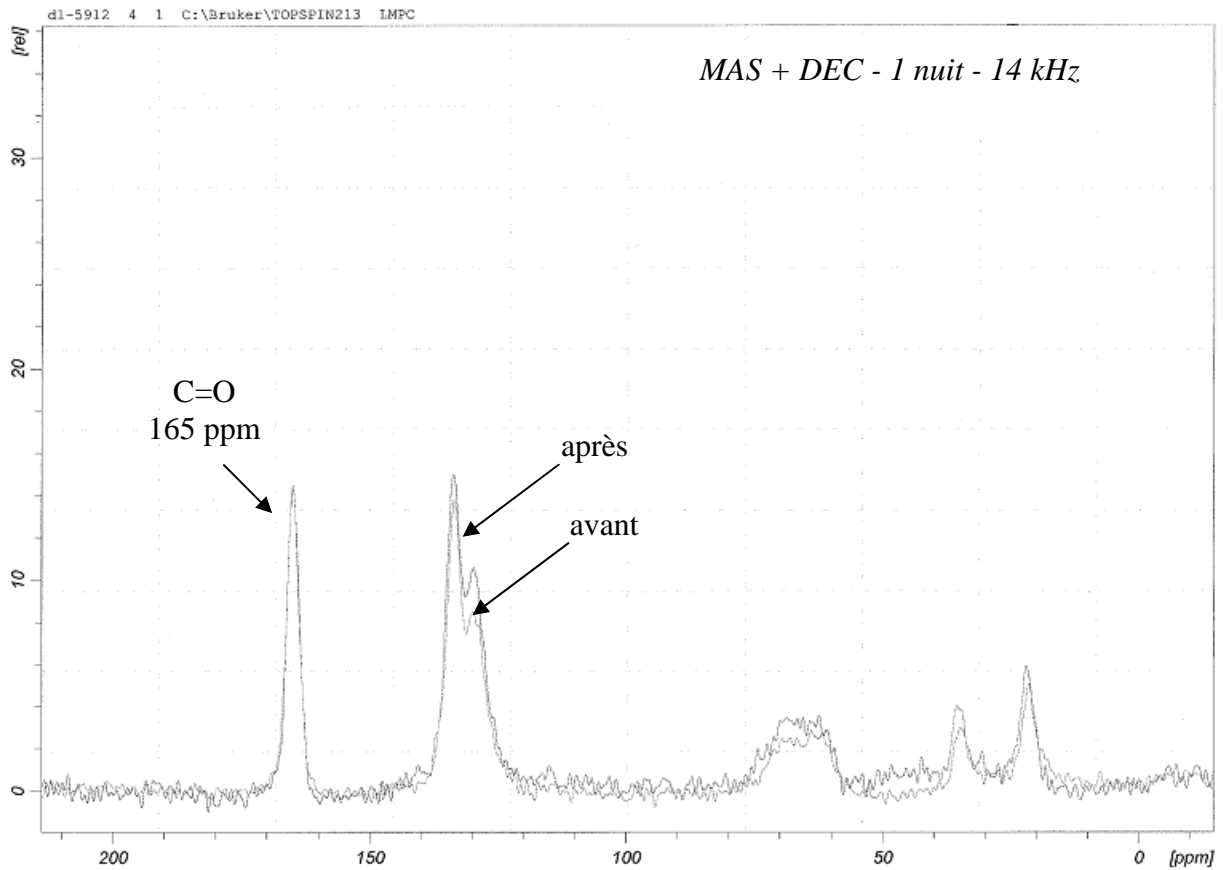
Annexe V. DETERMINATION DE LA CONVERSION PAR RMN DU SOLIDE

Des analyses en RMN du solide ont été mises en œuvre pour essayer de déterminer le taux de conversion d'une formulation poudre UV commerciale traitée au CRITTBois. Le procédé a consisté à déposer la poudre sur du verre grâce à un pistolet électrostatique corona. La poudre a ensuite été fondue sous IR puis réticulée sous UV. Le film photopolymérisé a été retiré du substrat verre puis broyé afin d'obtenir une poudre nécessaire à l'analyse RMN du solide.

Afin de déterminer la conversion après photopolymérisation, la formulation initiale est également analysée. La conversion sera déterminée par la comparaison des spectres avant et après traitement.

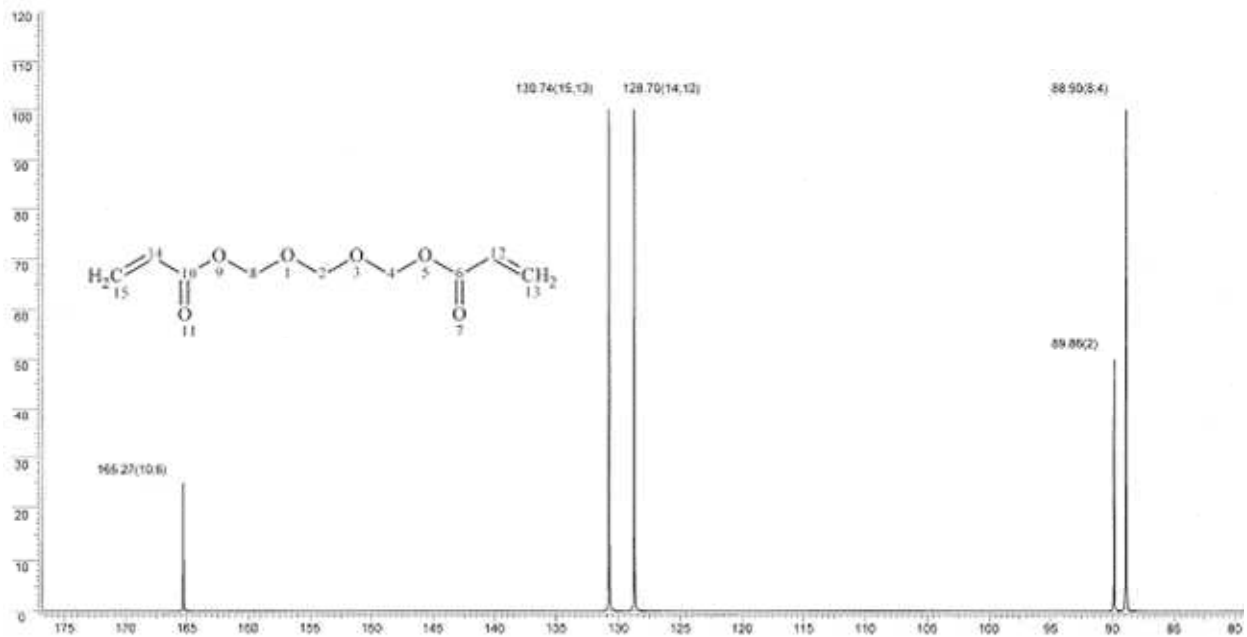
Pour ces analyses, nous avons choisi d'utiliser une formulation poudre UV de type vernis (sans pigment) et ne contenant qu'une seule résine. La formulation KB5312FU a ainsi été sélectionnée ; la résine mise en œuvre est de type polyester insaturé. Nous supposons que les insaturations sont de type méthacrylate et/ou acrylate.

La superposition des signaux obtenus avant et après traitement est présentée sur la Figure suivante. Afin de pouvoir comparer les signaux, le pic des groupements carbonyles à 165 ppm (C=O) a été utilisé comme pic de référence (pas de variation sous UV). Il a ainsi été reporté à la même échelle sur les deux signaux.

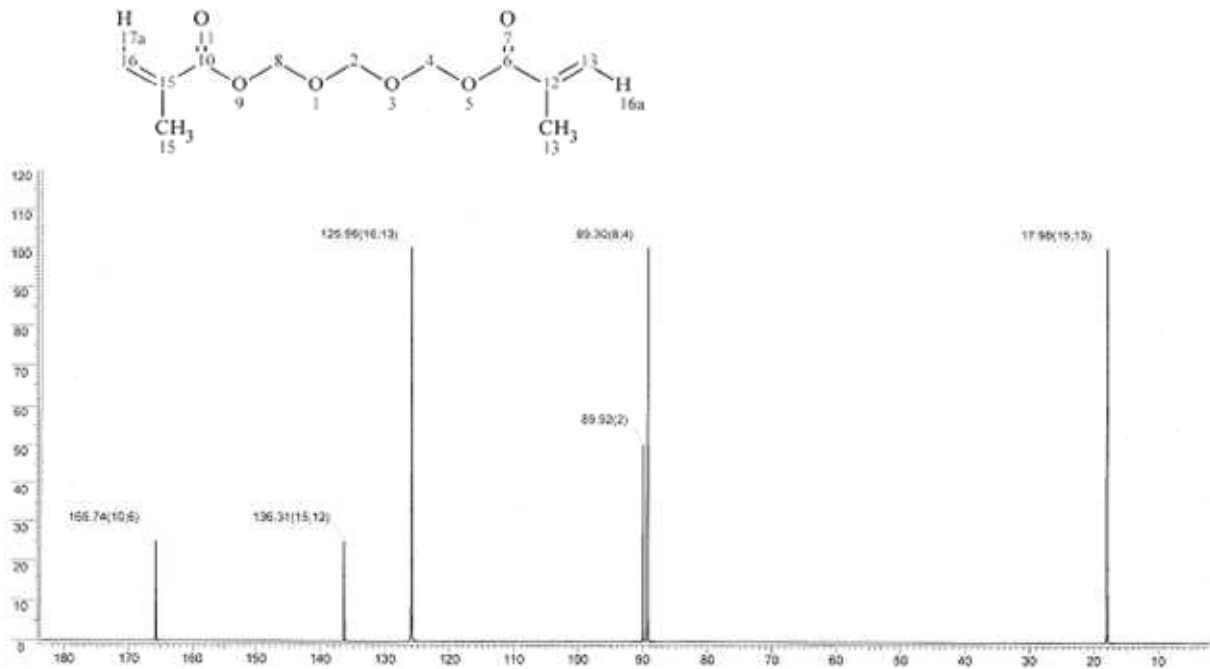


Superposition des signaux avant et après traitement (poudre UV KB5312FU)

Afin d'identifier les pics, nous avons préalablement fait des prédictions sur des spectres types du polymère polyester-acrylate modèle. Les signaux obtenus pour une chaîne polyester, relativement courte (3 CH₂), terminée par des fonctions méthacrylates ou acrylates sont représentés sur les 2 figures qui suivent. Les structures correspondantes sont également reportées.



Prédiction du signal RMN du solide pour une structure polyester acrylate modèle



Prédiction du signal RMN du solide pour une structure polyester méthacrylate modèle

A partir des Figures 4 et 5, il est possible d'identifier les pics de la Figure 3:

- 165 ppm: groupes carbonyles C=O ;
- 133 & 129 ppm: -CH=CH₂ des groupes acrylates et méthacrylates avec 133 ppm attribué à CH et 129 ppm attribué à CH₂ ;
- 76-57 ppm : -CH₂- de la chaîne polyester ;
- 35 ppm: -CH₂- de la chaîne polyester ;
- 22 ppm: CH₃ des groupes méthacrylates.

Les signaux avant et après traitement sont quasiment identiques. Aucune décroissance significative d'un des pics n'est observée. Ce résultat semblerait supposer qu'il n'y a pas de conversion des fonctions (méth)acrylates. Or, nous avons vu en Photo-DSC que le système réticule sous UV car nous avons observé un dégagement de chaleur.

Ces observations nous conduisent à supposer que la conversion de l'échantillon final n'est pas totale. Nous analysons ainsi à la fois le polymère mais aussi l'oligomère résiduel (n'ayant pas réagi sous UV). Si le polymère formé présente une rigidité importante et que les contraintes locales sont élevées, il n'est alors pas possible d'enregistrer son signal en RMN du solide. A partir de ces observations, nous supposons que le signal obtenu après traitement correspond uniquement à l'oligomère résiduel.

La détermination de la conversion n'est ainsi pas envisageable par RMN du solide.

Annexe W. ÉTUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR (CRITT BOIS)

• Etude de l'installation semi-industrielle (CrittBois)

L'étude est effectuée avec la poudre à polymérisation sous rayonnement infrarouge de type 700LB gris grainé mat RAL7021 (DJA 208/6) (résine polyester-époxy) dont la T_g est de 69,69°C environ (Annexe C3),

• Les paramètres variables et plans expérimentaux Taguchi

Les essais se font avec les paramètres de poudrage qui permettent d'obtenir une centaine de microns. Pour le choix des facteurs de cuisson et des modalités à étudier, nous avons pris comme valeurs centrales les indications données par les formulateurs de poudre (température de polymérisation et temps de cuisson approximatif) ainsi que les prescriptions données par les fabricants de fours IR et

ANNEXES

des tunnels UV en ce qui concerne les seuils de sécurité (notamment en termes de ventilation). Les paramètres testés pour les deux types de cuisson sont décrits dans le tableau suivant:

CUISSON IR (CRITTBOIS)		Modalités			
		1	2	3	4
A	Distance des plaques IR (mm)	160	140	100	80
B	Puissance des plaques IR (kW/cm ²)	1,51	1,91	1,91	2,2
C	Ventilation de refoulement IR (%)	70	75	80	85
D	Vitesse d'avance IR (m/min)	0,7	0,9	1,1	1,3
E	Temps passé dans le four IR (s)	180	240	300	360

Les paramètres des cuissons IR étudiées au CrittBois

Dans la zone IR, la ventilation d'aspiration ne peut pas être modifiée car elle constitue une sécurité. Elle est fixée à 75% de sa puissance maximale (elle ne peut en aucun cas être abaissée par rapport à cette valeur). La vitesse d'aménagement est intéressante à étudier car elle permet de faire varier la vitesse de montée en température des pièces au tout début de son insertion dans le four.

Nous avons 5 facteurs et nous avons choisi de les faire varier selon 4 niveaux, ce qui nous a permis d'utiliser comme plan d'expérimentation une table de Taguchi L₁₆.

Annexe W.1. Grammage et épaisseur de la poudre 700LB grise RAL7021 sur MDF

Essai	Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée (g)	Grammage de poudre (g/m ²)
1	646,32	651,11	106,44
2	658,51	663,68	114,89
3	650,39	655,02	102,89
4	648,11	653,14	111,78
5	645,68	650,00	96,00
6	660,01	664,14	91,78
7	655,54	660,09	101,11
8	654,88	658,92	89,78
9	655,11	659,10	88,67
10	660,62	664,22	80,00
11	653,75	658,39	103,11
12	659,04	663,37	96,22
13	655,40	660,01	102,44
14	653,57	658,42	107,78
15	658,83	664,46	125,11
16	662,64	667,56	109,33
moyenne :			101,71

Essais	Epaisseur 1 (µm)	Epaisseur 2 (µm)	Epaisseur 3 (µm)	Moyenne (µm)	Etendue
1	130	160	145	145,00	30
2	160	180	145	161,67	35
3	110	150	150	136,67	40
4	120	150	150	140,00	30
5	120	100	120	113,33	20
6	145	150	130	141,67	20
7	160	120	150	143,33	40
8	150	150	130	143,33	20
9	140	145	145	143,33	5
10	110	140	150	133,33	40
11	140	150	120	136,67	30
12	150	140	150	146,67	10
13	120	150	120	130,00	30
14	140	150	120	136,67	30
15	150	155	160	155,00	10
16	150	140	160	150,00	20
moyenne :				141,04	25,63

Annexe W.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence			Moyenne	Etendue
	1	2	3		
1	3	3	3	3,00	0
2	3	3	3	3,00	0
3	4	3	3	3,33	1
4	1	1	1	1,00	0
5	1	1	2	1,33	1
6	2	3	2	2,33	1
7	3	3	3	3,00	0
8	3	3	3	3,00	0
9	2	3	2	2,33	1
10	3	3	3	3,00	0
11	1	2	1	1,33	1
12	1	1	2	1,33	1
13	3	3	2	2,67	1
14	2	1	1	1,33	1
15	2	2	2	2,00	0
16	2	1	1	1,33	1
moyenne :				2,21	0,56

Effets des facteurs pour la résistance à l'adhérence :

	niveaux	Facteurs				
		A	B	C	D	E
Moyenne	1	2,58	2,33	2,00	2,17	2,75
	2	2,42	2,42	2,17	2,50	2,42
	3	2,00	2,42	2,50	2,25	2,42
	4	1,83	1,67	2,42	1,92	1,25
Etendue	1	0,25	0,75	0,75	0,50	0,00
	2	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
	3	0,75	0,50	0,75	0,75	1,00
	4	0,75	0,50	0,25	0,50	0,75

Annexe W.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure

Résultats Rayure (NF EN I15186) :

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue
1	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0
2	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1
3	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0
4	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0
5	0,5	0,5	0,6	0,53	0,1
6	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0
7	0,6	0,6	0,7	0,63	0,1
8	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1
9	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1
10	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1
11	0,6	0,6	0,7	0,63	0,1
12	0,8	0,7	0,8	0,77	0,1
13	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1
14	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0
15	0,7	0,6	0,7	0,67	0,1
16	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0
moyenne :				0,61	0,06

Effets des facteurs pour la résistance à la rayure :

	niveaux	A	B	C	D	E
Moyenne	1	0,62	0,56	0,61	0,65	0,59
	2	0,58	0,58	0,65	0,58	0,58
	3	0,62	0,63	0,58	0,57	0,63
	4	0,61	0,66	0,61	0,63	0,62
Etendue	1	0,03	0,08	0,03	0,05	0,08
	2	0,08	0,05	0,10	0,10	0,08
	3	0,10	0,08	0,05	0,05	0,05
	4	0,05	0,05	0,08	0,05	0,05

Annexe W.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :

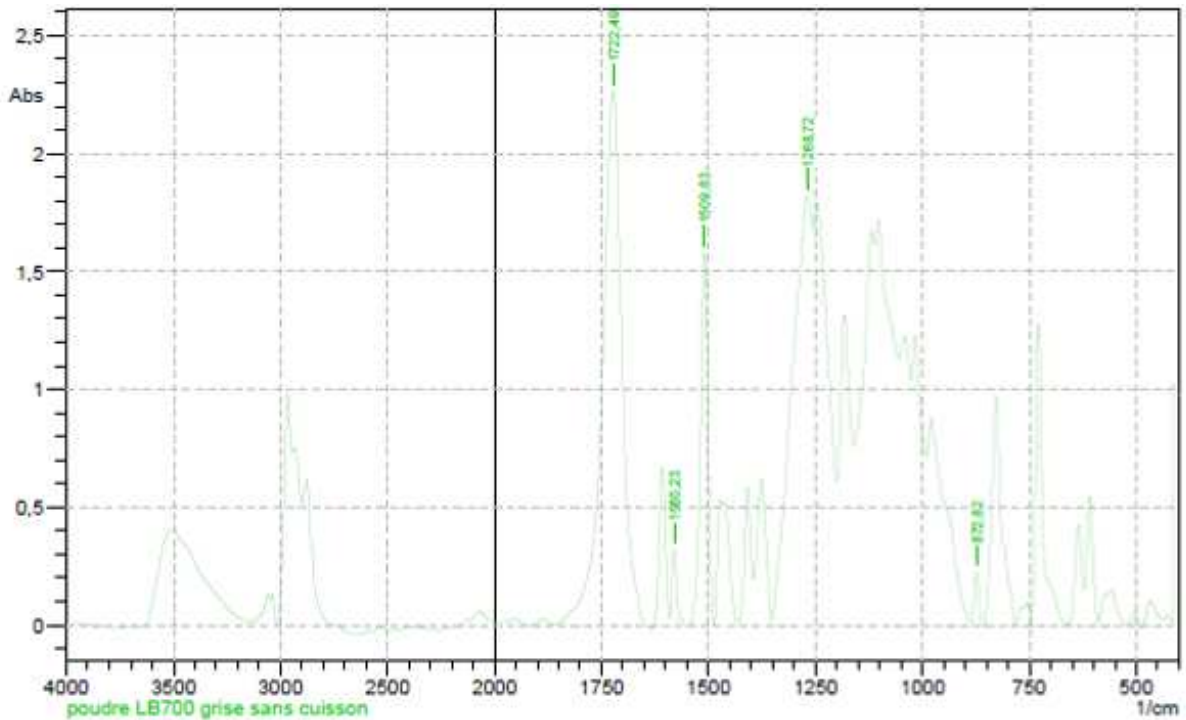
Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
1	2	1	2	1,67	1
2	1	2	2	1,67	1
3	2	5	2	3,00	3
4	2	2	2	2,00	0
5	2	2	2	2,00	0
6	2	2	2	2,00	0
7	2	1	2	1,67	1
8	2	1	2	1,67	1
9	2	2	2	2,00	0
10	2	1	2	1,67	1
11	3	2	3	2,67	1
12	3	2	3	2,67	1
13	3	2	2	2,33	1
14	3	2	3	2,67	1
15	2	2	2	2,00	0
16	3	2	3	2,67	1
moyenne :				2,15	0,81

Effets des facteurs pour la résistance à l'acétone :

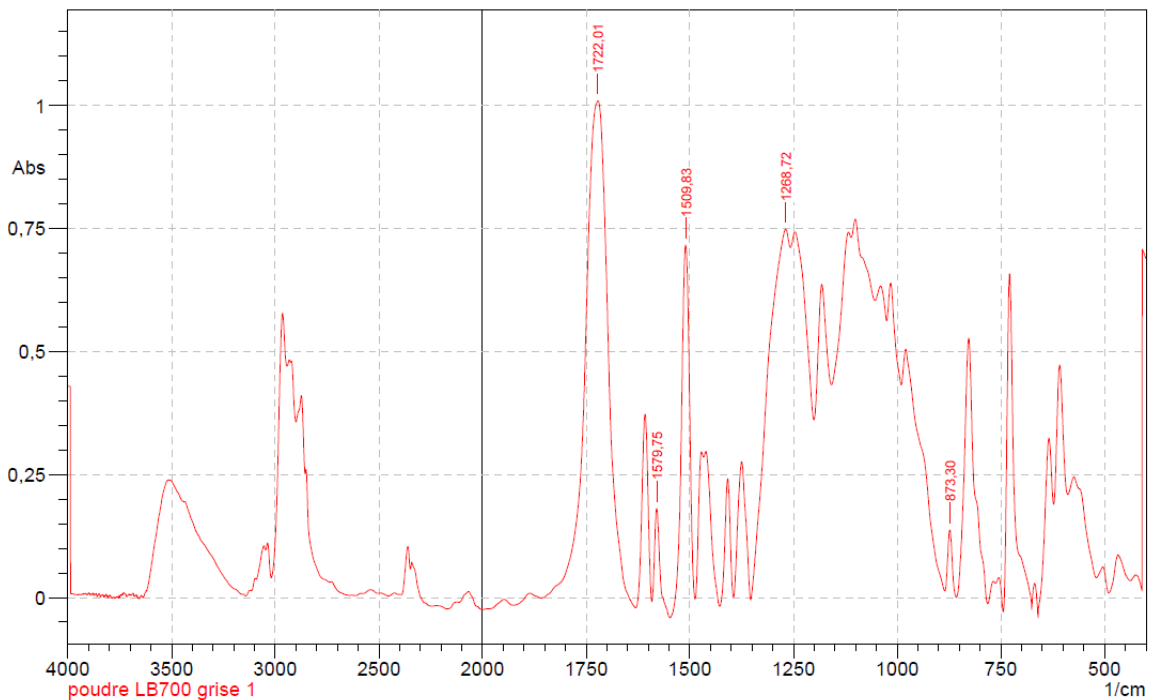
	niveaux	A	B	C	D	E
Moyenne	1	2,08	2,00	2,25	2,17	1,75
	2	1,83	2,00	2,08	2,08	2,00
	3	2,25	2,33	2,33	2,33	2,50
	4	2,42	2,25	1,92	2,00	2,33
Etendue	1	1,25	0,50	0,75	1,00	0,75
	2	0,50	0,75	0,50	1,00	0,75
	3	0,75	1,25	1,25	1,25	1,25
	4	0,75	0,75	0,75	0,00	0,50

Annexe W.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR

⇒ Les spectres IR de la poudre LB700 grise RAL7021 :

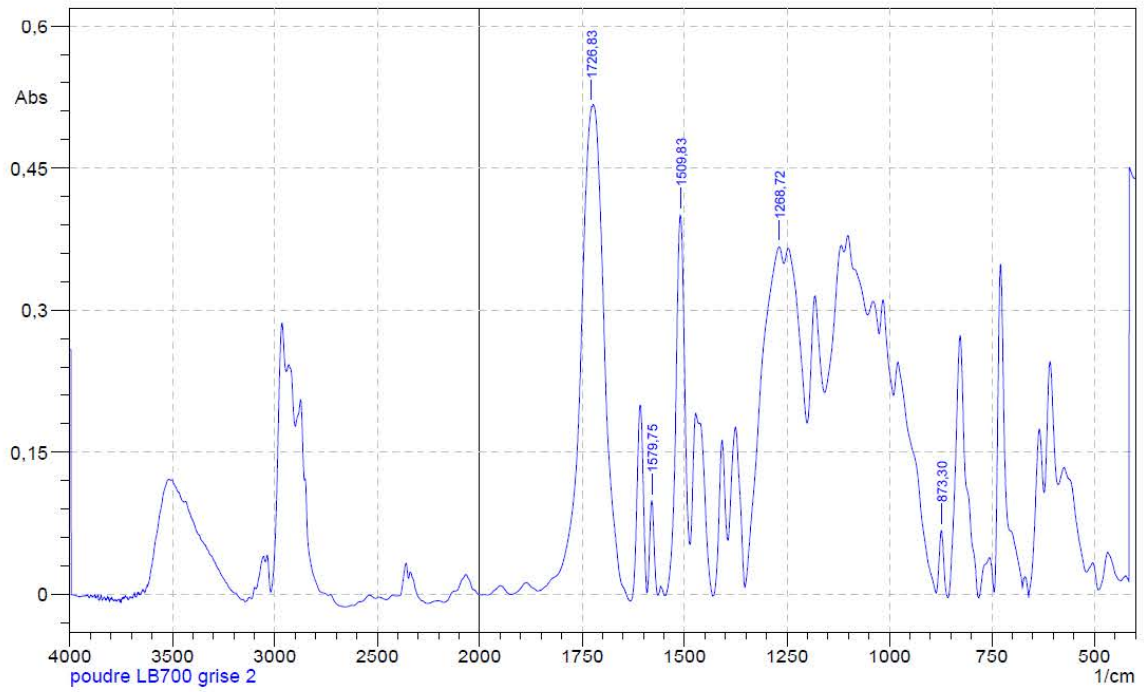


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,2208	0,2185	886,8	856,9	2,7052	2,6531
2	1268,72	1,8174	0,348	1353,11	1256,18	97,4243	14,8808
3	1509,83	1,5783	1,5819	1547,93	1487,85	31,6182	31,9111
4	1580,23	0,3172	0,2937	1590,84	1584,32	4,0348	3,4469
5	1722,49	2,284	2,2729	1858,96	1633,76	121,5078	123,0357

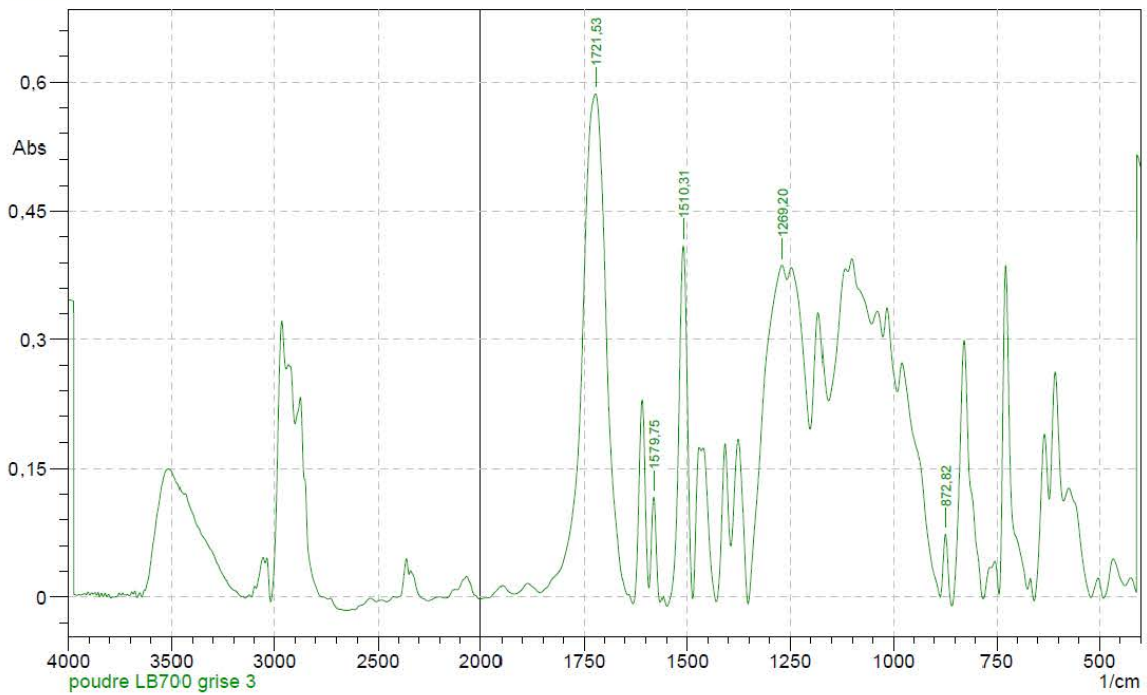


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,1377	0,1296	885,36	857,39	1,7404	1,5389
2	1268,72	0,7485	0,1234	1353,11	1257,15	44,3256	10,3998
3	1509,83	0,7169	0,7342	1546,96	1487,17	14,8752	16,1823
4	1579,75	0,1815	0,1858	1591,33	1565,29	2,1335	2,2348
5	1722,01	1,0097	1,0219	1851,72	1630,87	63,4489	65,7488

ANNEXES

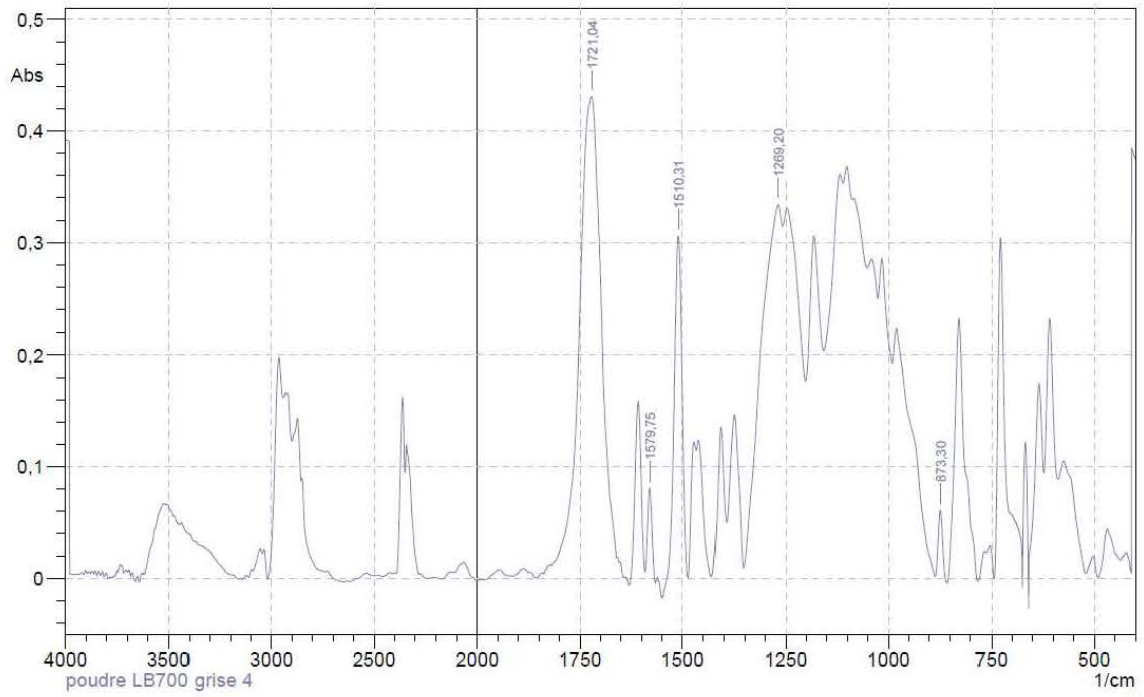


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,067476	0,06852	885,84	857,39	0,816145	0,853546
2	1268,72	0,366774	0,057549	1352,63	1257,63	22,037449	5,113409
3	1509,83	0,40099	0,369544	1546	1487,17	9,935767	8,448008
4	1579,75	0,098618	0,098287	1591,33	1564,8	1,180993	1,177212
5	1726,83	0,514966	0,005565	1817	1725,87	16,277154	-7,98872

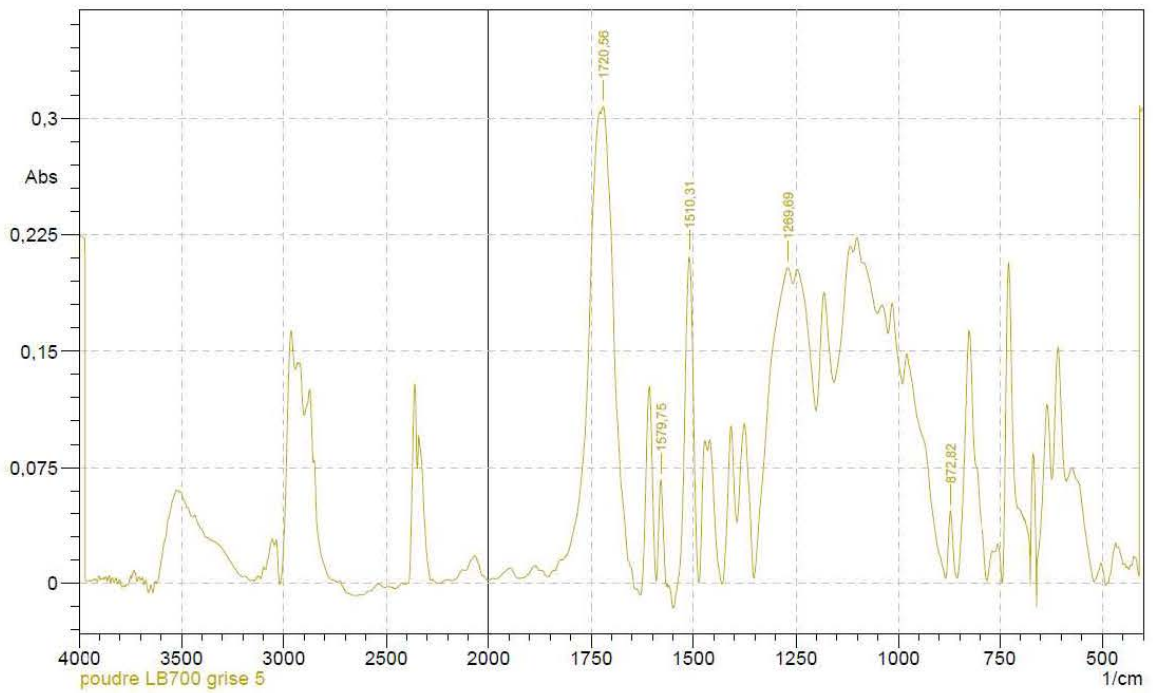


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,073279	0,07823	885,84	857,39	0,859221	1,01232
2	1269,2	0,386842	0,063118	1352,14	1257,63	23,237781	6,129869
3	1510,31	0,409756	0,414877	1549,86	1487,65	9,376379	9,767738
4	1579,75	0,116692	0,113509	1591,81	1564,32	1,474341	1,414625
5	1721,53	0,586141	0,582748	1857,51	1642,92	40,43395	39,636131

ANNEXES

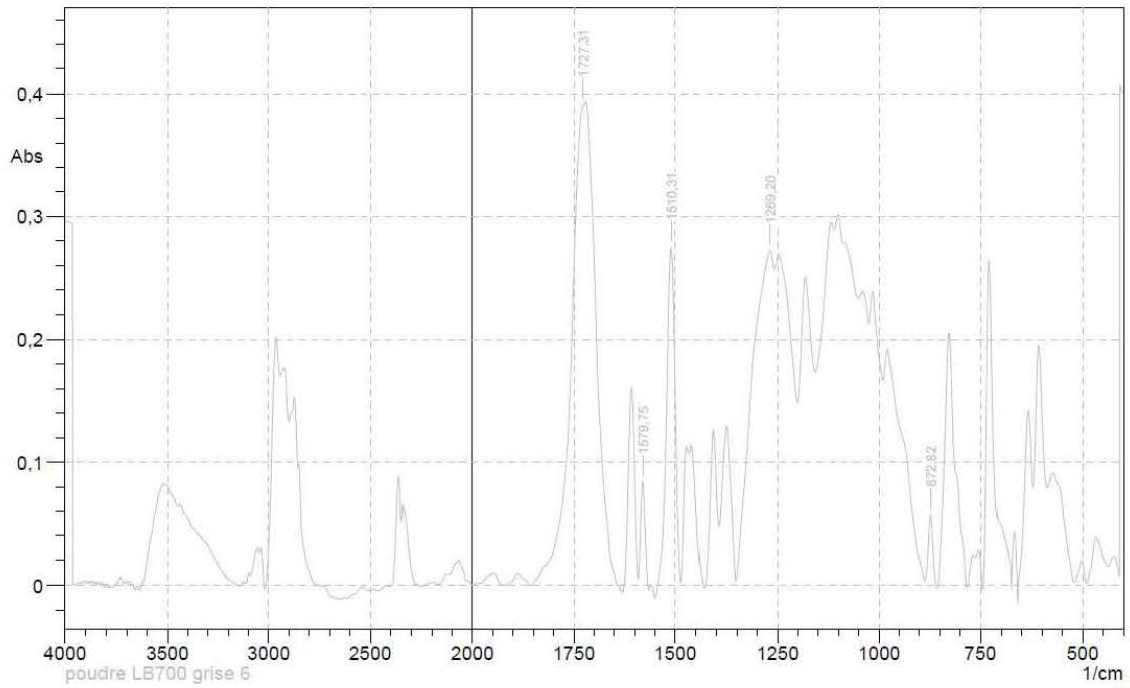


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,0611	0,0624	885,84	857,39	0,7185	0,7645
2	1269,2	0,3338	0,0561	1353,11	1257,63	19,5778	4,106
3	1510,31	0,3059	0,3123	1547,44	1486,2	6,5764	7,0766
4	1579,75	0,0809	0,0798	1591,33	1565,77	0,973	0,9578
5	1721,04	0,4307	0,4147	1818,45	1660,77	27,2645	24,8603

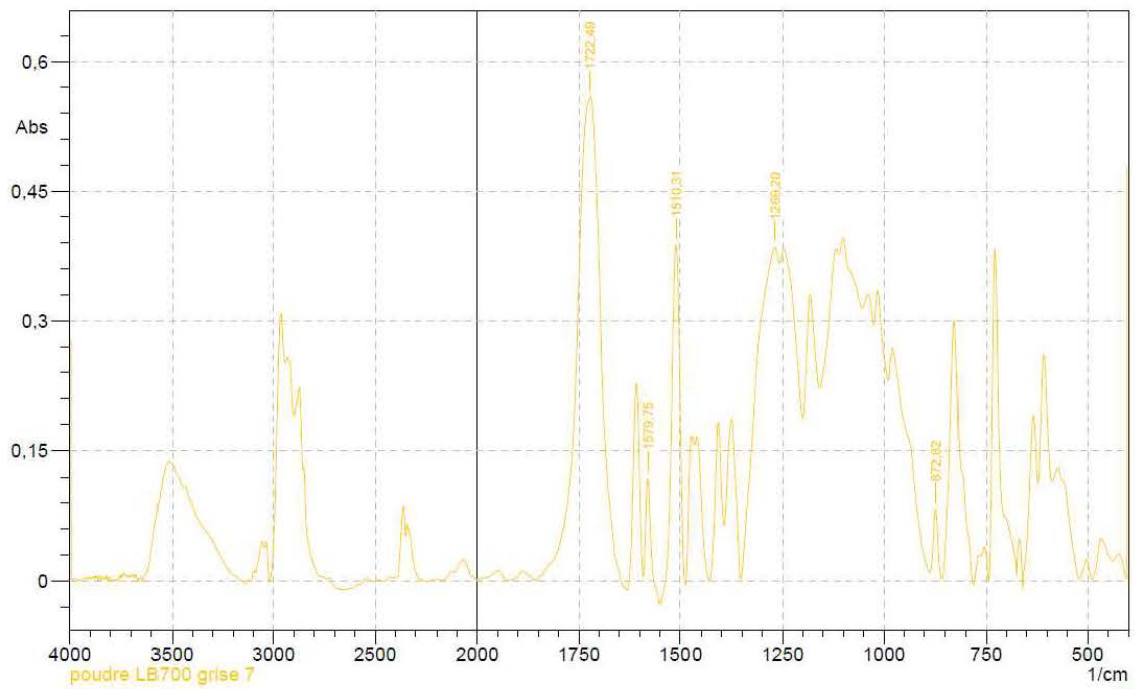


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,04644	0,043294	884,87	856,9	0,604453	0,5165
2	1269,69	0,203656	0,033488	1352,63	1258,11	12,531228	3,241687
3	1510,31	0,210712	0,216461	1547,44	1487,65	4,810733	5,267639
4	1579,75	0,066964	0,067421	1590,84	1565,77	0,792782	0,809355
5	1720,56	0,307385	0,029802	1726,35	1660,28	11,00912	0,521833

ANNEXES

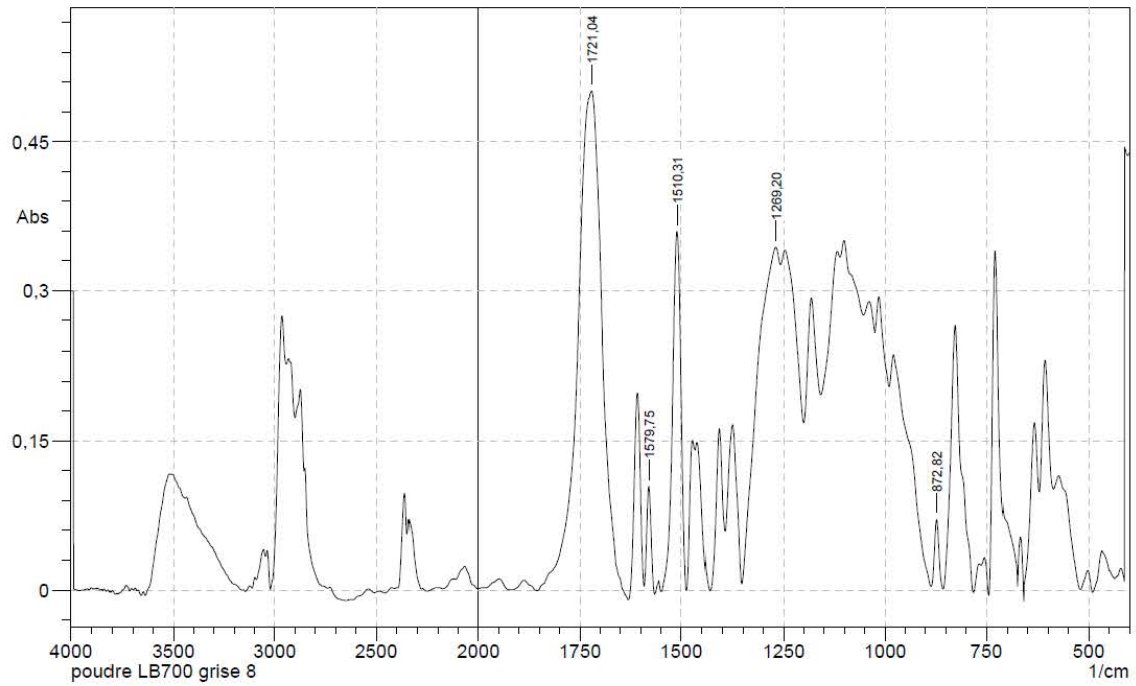


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,057338	0,056031	886,32	856,9	0,720183	0,688991
2	1269,2	0,271845	0,045648	1352,63	1257,63	16,479194	4,087037
3	1510,31	0,274255	0,276107	1550,34	1486,68	6,489478	6,709862
4	1579,75	0,08399	0,082173	1591,33	1565,29	1,029836	0,995019
5	1727,31	0,390938	0,004141	1818,45	1726,35	13,329118	-5,376954

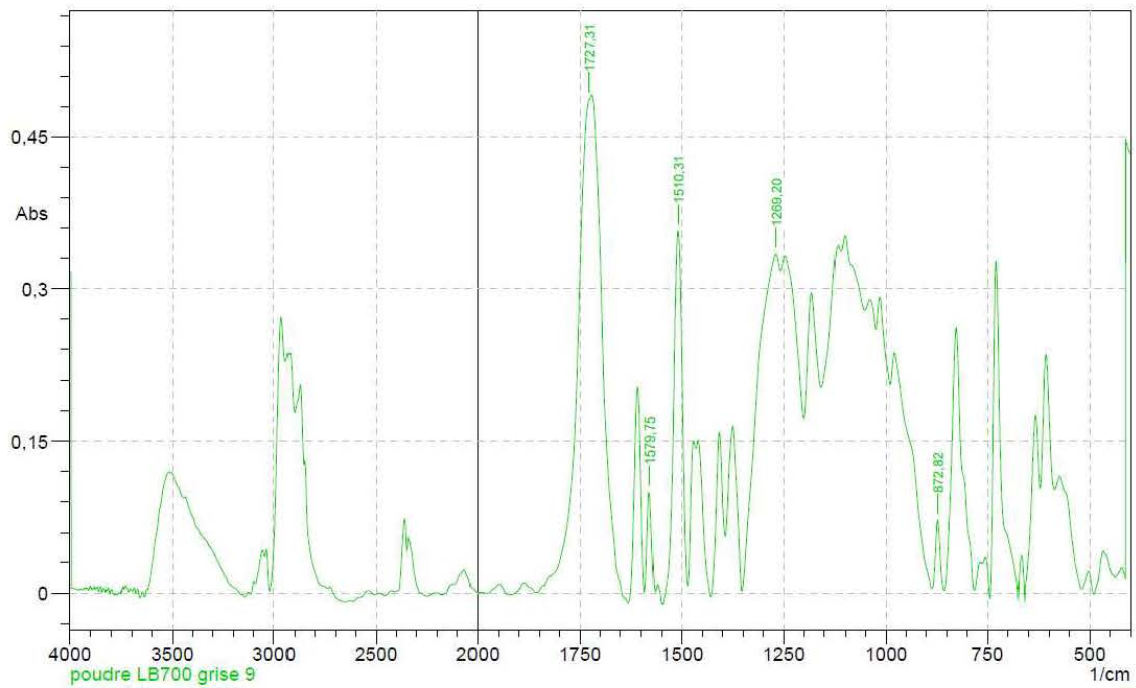


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,083088	0,076449	886,32	856,9	1,120574	0,93459
2	1269,2	0,385006	0,062815	1353,11	1257,63	23,654663	6,086215
3	1510,31	0,387684	0,399664	1547,44	1488,13	8,399112	9,275109
4	1579,75	0,118467	0,117989	1590,84	1561,91	1,471603	1,498307
5	1722,49	0,558116	0,000588	1726,83	1722,01	2,680309	0,002825

ANNEXES

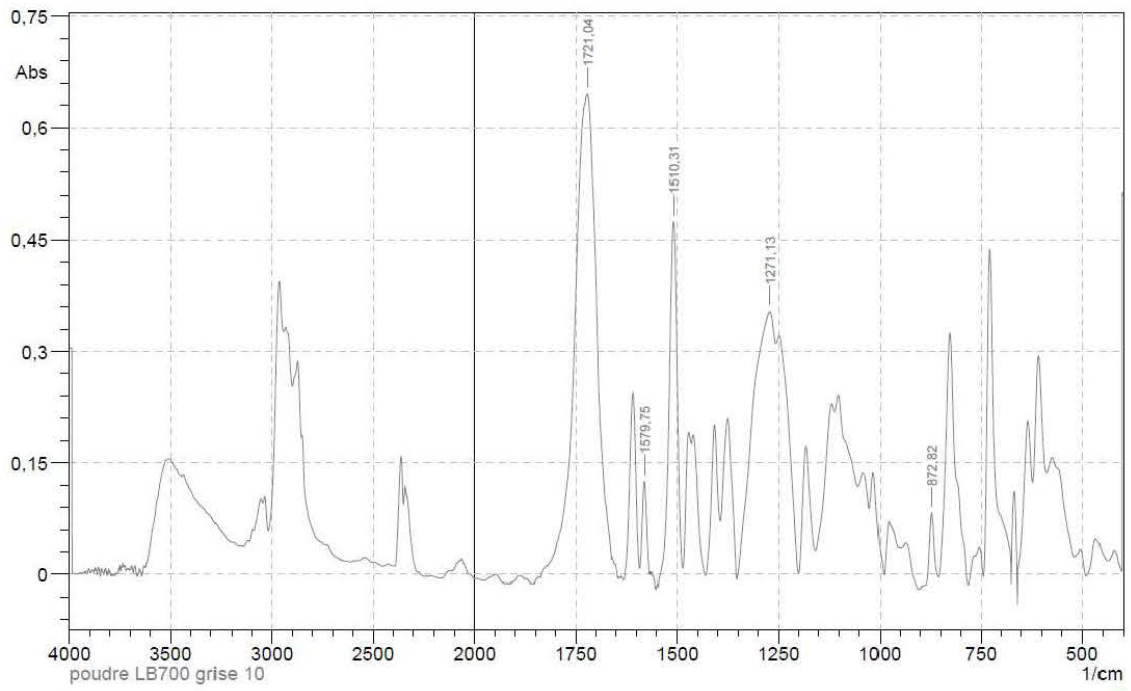


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,070892	0,068413	886,32	856,9	0,916939	0,847536
2	1269,2	0,343591	0,056243	1353,11	1257,63	21,381324	5,525099
3	1510,31	0,359645	0,360342	1547,44	1487,17	8,561827	8,607721
4	1579,75	0,104157	0,104172	1591,33	1565,77	1,248008	1,258125
5	1721,04	0,501027	0,500918	1838,22	1639,07	34,663414	34,45242

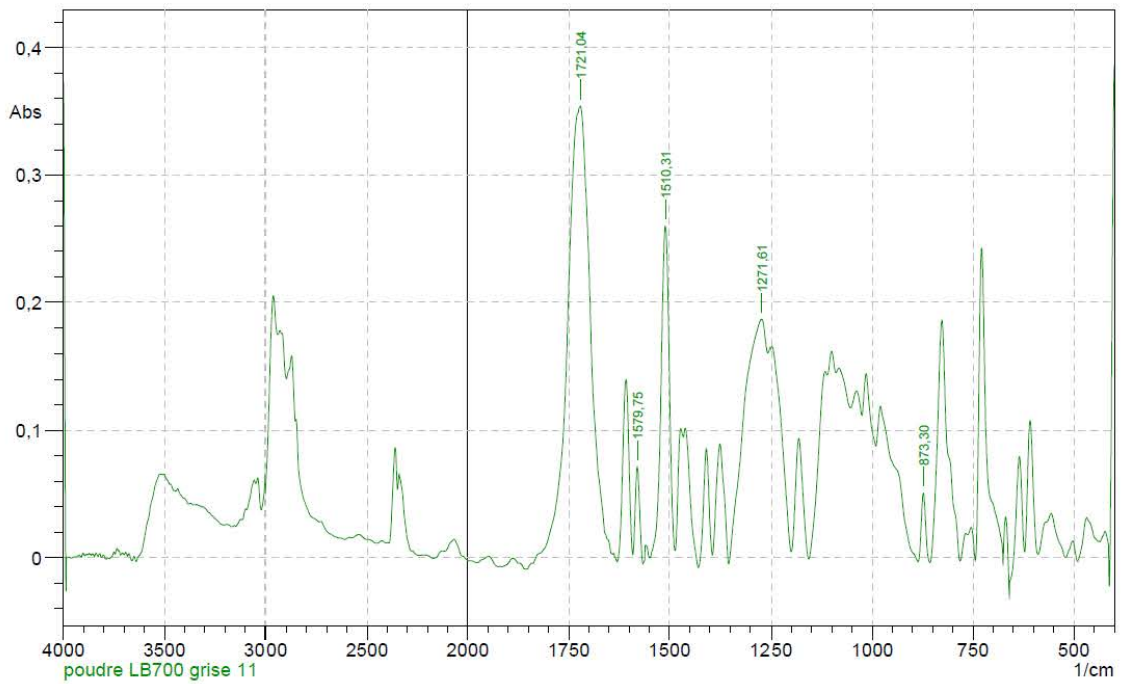


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,072053	0,068448	886,8	856,9	0,950189	0,844488
2	1269,2	0,334189	0,055091	1352,63	1257,63	20,531936	5,362576
3	1510,31	0,357015	0,356687	1546,96	1486,68	8,434604	8,535082
4	1579,75	0,099912	0,098703	1590,84	1565,77	1,181512	1,150197
5	1727,31	0,48722	0,005184	1818,45	1726,35	16,219456	-7,023787

ANNEXES

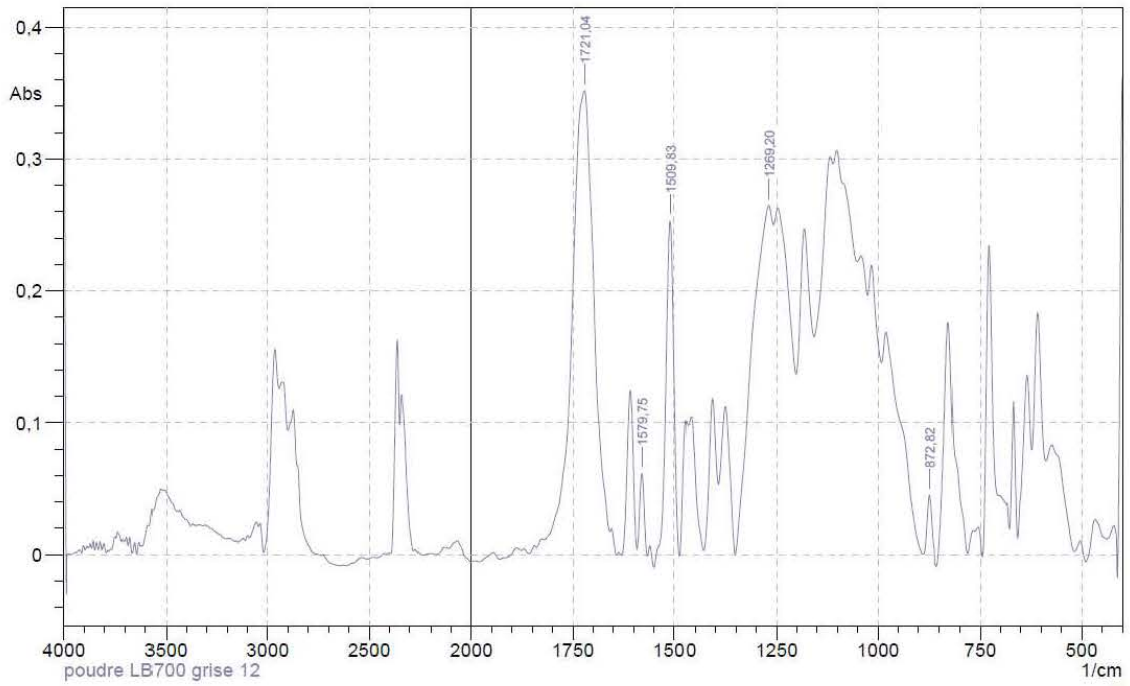


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,0821	0,0909	890,66	855,46	0,8394	1,1512
2	1271,13	0,3532	0,0916	1353,11	1256,18	21,7157	6,9804
3	1510,31	0,4746	0,474	1547,44	1488,13	10,6844	10,8417
4	1579,75	0,1248	0,1202	1591,33	1568,18	1,5285	1,4227
5	1721,04	0,6457	0,0315	1723,45	1676,68	18,1413	0,8428

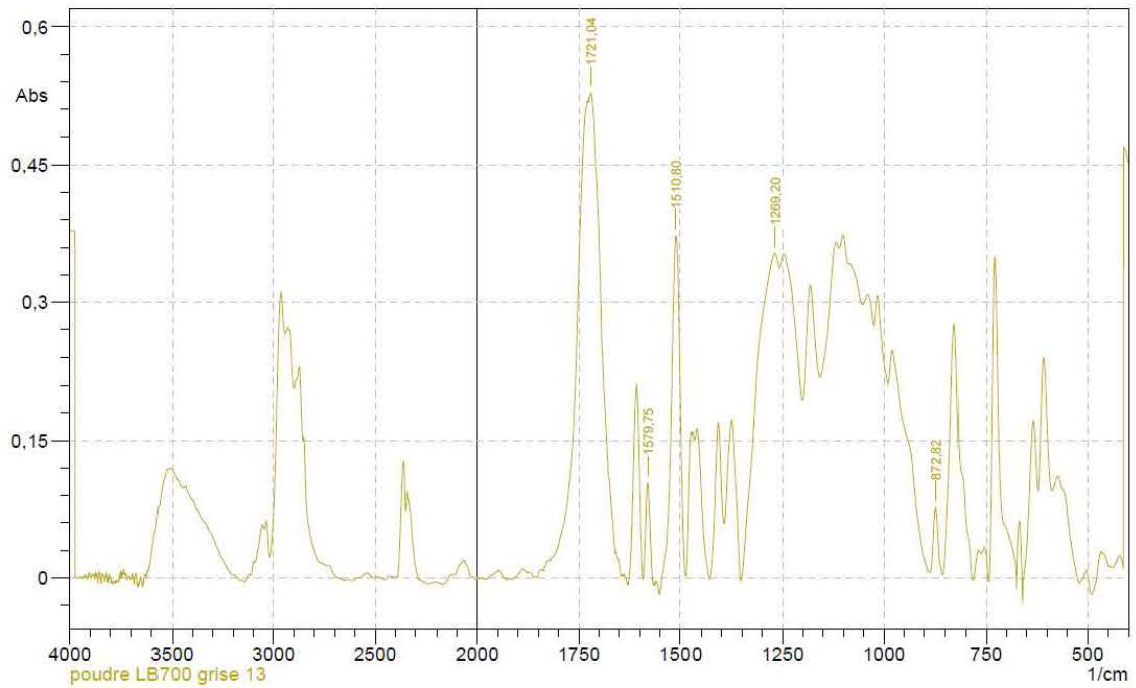


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,051039	0,054421	886,32	856,9	0,567954	0,66849
2	1271,61	0,186755	0,052828	1353,11	1256,18	11,65625	4,126012
3	1510,31	0,260038	0,256572	1547,44	1486,2	6,12355	5,948137
4	1579,75	0,071508	0,072315	1590,84	1565,77	0,843002	0,873745
5	1721,04	0,354339	0,344231	1818,45	1654,01	23,099465	21,598946

ANNEXES

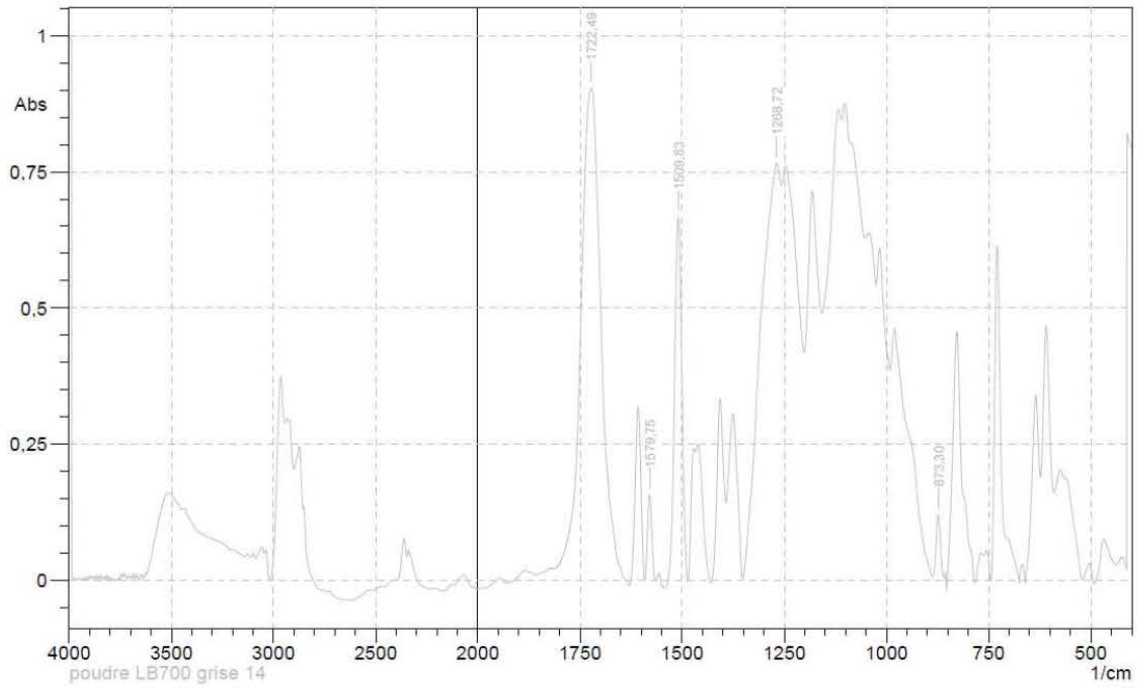


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872.82	0,045	0,0494	888,25	856,9	0,5646	0,7057
2	1269,2	0,2648	0,0452	1352,14	1257,63	15,22	3,3789
3	1509,83	0,2531	0,2511	1538,28	1487,17	5,5192	5,3931
4	1579,75	0,0614	0,0597	1591,81	1566,25	0,7768	0,7366
5	1721,04	0,3518	0,3368	1820,38	1658,35	22,4915	20,1779

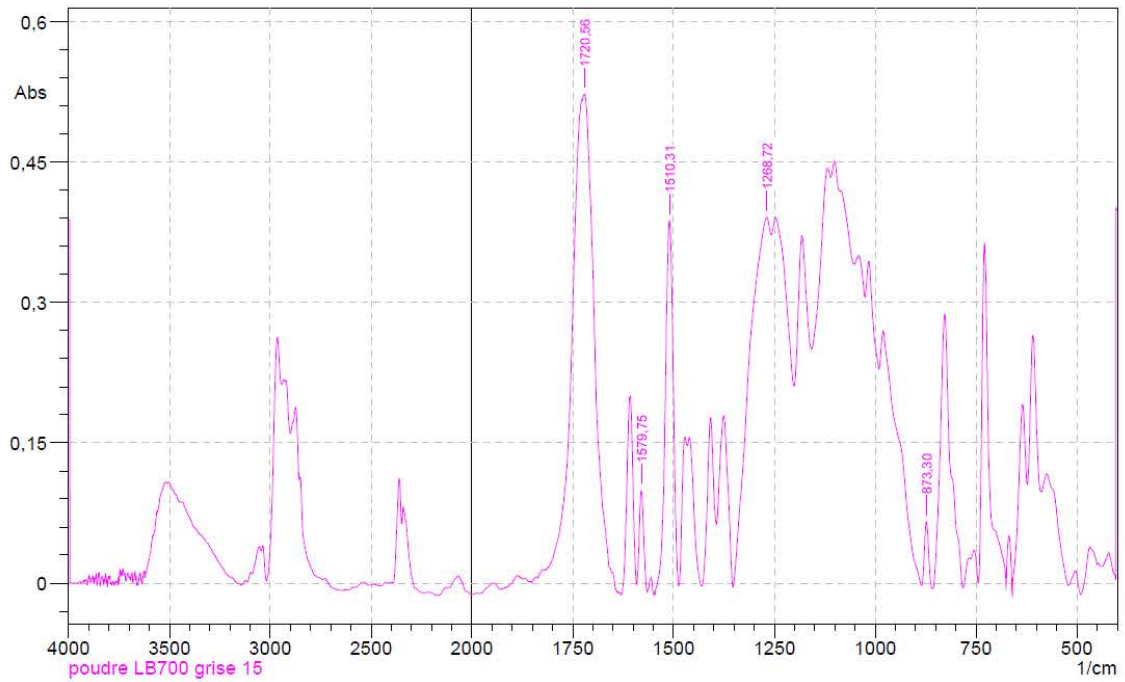


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,076764	0,071932	887,28	855,94	1,057605	0,909294
2	1269,2	0,353542	0,057019	1353,11	1257,63	21,290036	5,316554
3	1510,8	0,372421	0,374555	1547,44	1488,13	8,820508	9,053466
4	1579,75	0,103324	0,106426	1591,33	1568,18	1,183645	1,255432
5	1721,04	0,527242	0,02276	1723,45	1660,77	17,396128	0,144993

ANNEXES

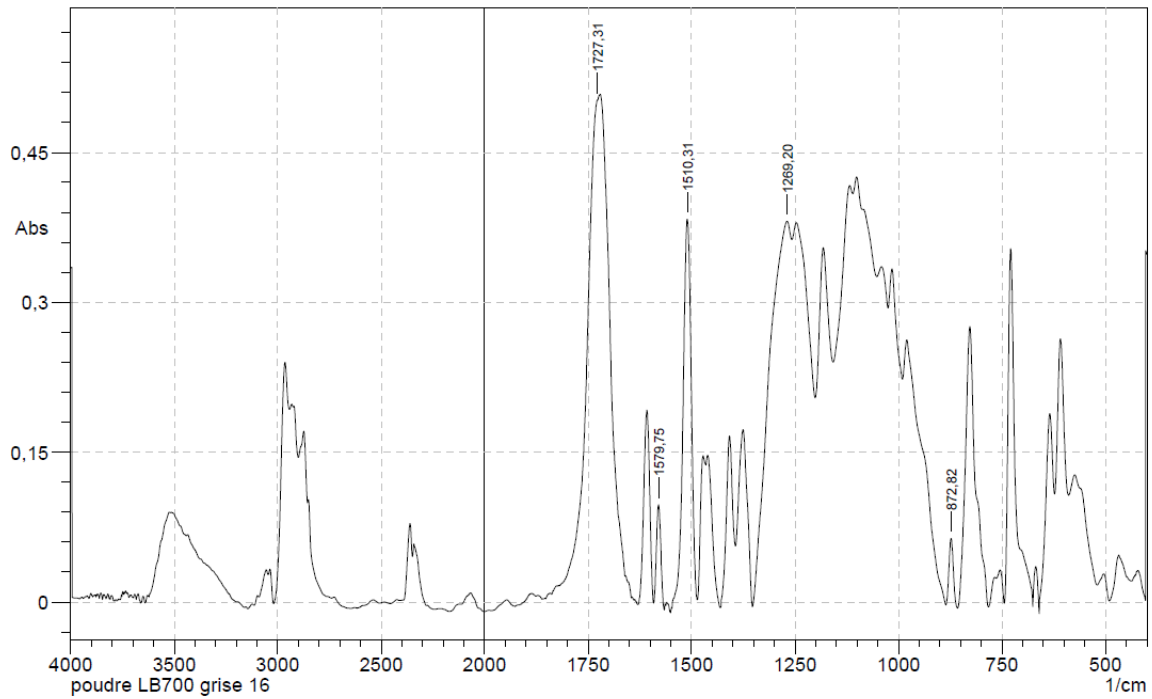


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,1205	0,1152	887,77	858,35	1,5331	1,3757
2	1268,72	0,7657	0,1285	1352,14	1257,15	42,6251	8,059
3	1509,83	0,6662	0,6739	1542,14	1485,72	13,4948	13,9759
4	1579,75	0,1566	0,1536	1591,33	1567,7	1,8871	1,8152
5	1722,49	0,9035	0,0368	1725,38	1639,07	28,1525	-10,5494



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	873,3	0,065774	0,069791	884,87	857,87	0,699829	0,814646
2	1268,72	0,391144	0,062641	1352,63	1257,63	22,935254	5,450084
3	1510,31	0,387946	0,391073	1541,18	1487,65	8,456401	8,624599
4	1579,75	0,09919	0,104155	1591,33	1564,8	1,125145	1,27031
5	1720,56	0,522909	0,042779	1725,38	1658,84	16,899458	-0,832115

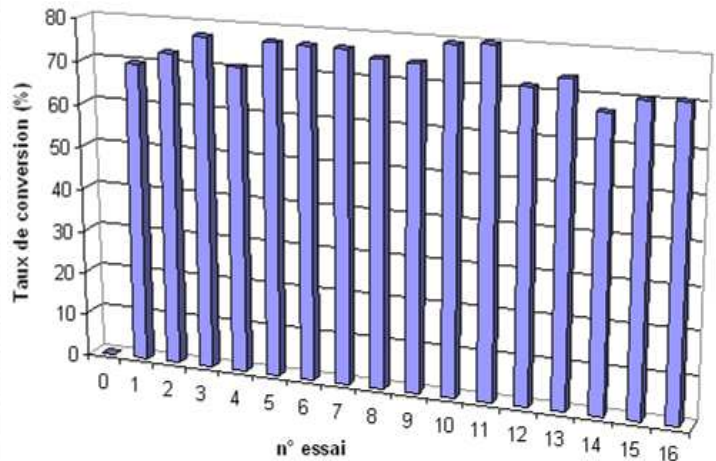
ANNEXES



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	872,82	0,063851	0,068275	885,84	857,87	0,695579	0,82225
2	1269,2	0,381269	0,063051	1353,11	1257,63	22,535351	5,440995
3	1510,31	0,383347	0,380372	1542,14	1486,2	8,599228	8,427162
4	1579,75	0,097473	0,101231	1591,81	1566,73	1,123092	1,220044
5	1727,31	0,502615	0,003385	1801,09	1726,83	14,947746	-4,676574

⇒ Les aires des pics caractéristiques des spectres IR de la poudre LB700 grise RAL7021 et les taux de conversion calculés :

Essai de cuisson	Aire des bandes		Taux de conversion (%)
	carac.:1268 cm-1 (Epoxy)	ref.:1580 cm-1 (Polyesters)	
0	97,424	1,411	0,000
1	44,326	2,1335	69,910
2	22,038	1,181	72,975
3	23,238	1,4743	77,172
4	19,578	0,973	70,859
5	12,531	0,7928	77,108
6	16,479	1,0298	76,824
7	23,655	1,4716	76,720
8	21,381	1,248	75,187
9	20,532	1,1815	74,832
10	21,716	1,5285	79,424
11	11,656	0,843	79,974
12	15,220	0,7768	71,623
13	21,290	1,1836	73,949
14	42,625	1,8871	67,286
15	22,935	1,1251	70,476
16	22,535	1,1231	70,939



⇒ Tableaux des effets des facteurs de la cuisson sur le taux de conversion :

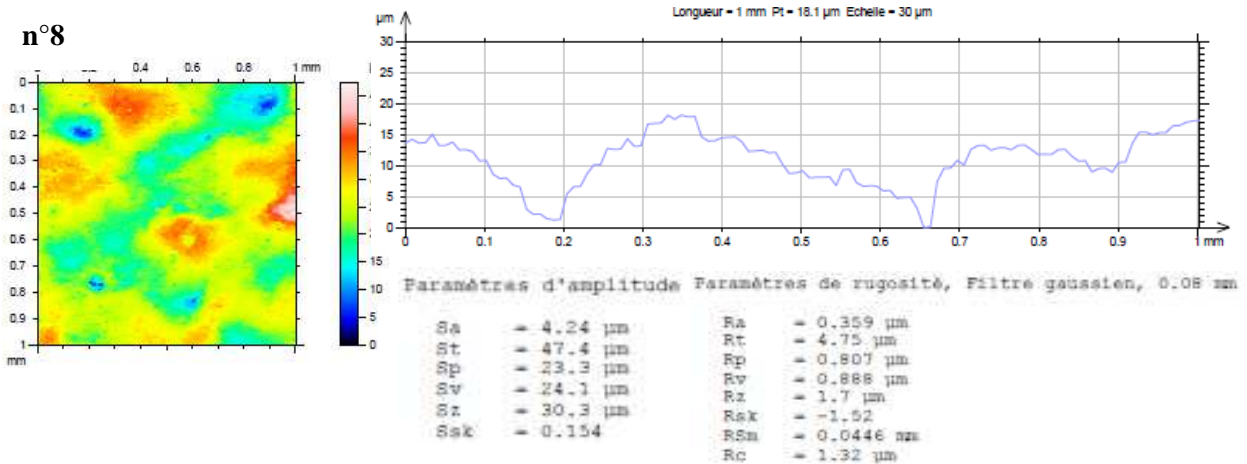
	niveaux	A	B	C	D	E
Moyenne	1	72,73	73,95	74,41	71,38	73,75
	2	76,46	74,13	72,97	75,52	73,87
	3	76,46	76,09	73,62	76,16	74,89
	4	70,66	72,15	75,24	73,25	73,81

Annexe W.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface

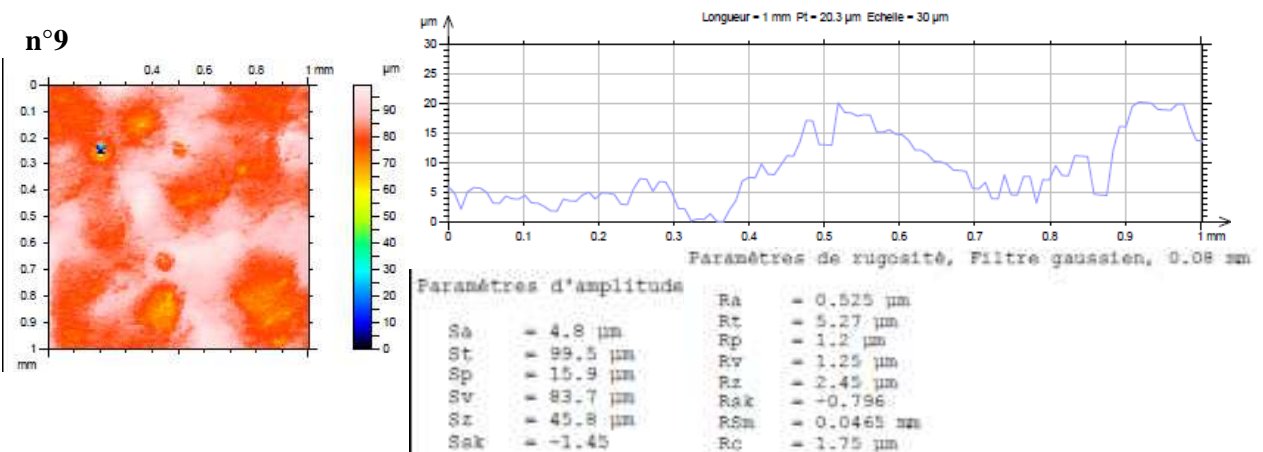
⇒ La cartographie :

Essais	Distance des plaques (mm)	Puissance des plaques (W/cm)	Ventilation de refoulement (%)	Vitesse d'amenage (m/min)	Temps passé dans le four (s)
8	140	2,2	80	2	180
9	100	1,51	80	1,3	240

n°8

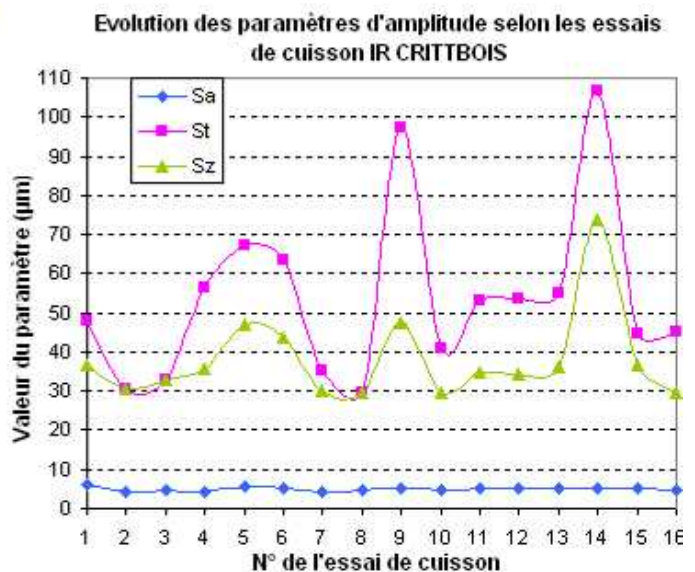


n°9

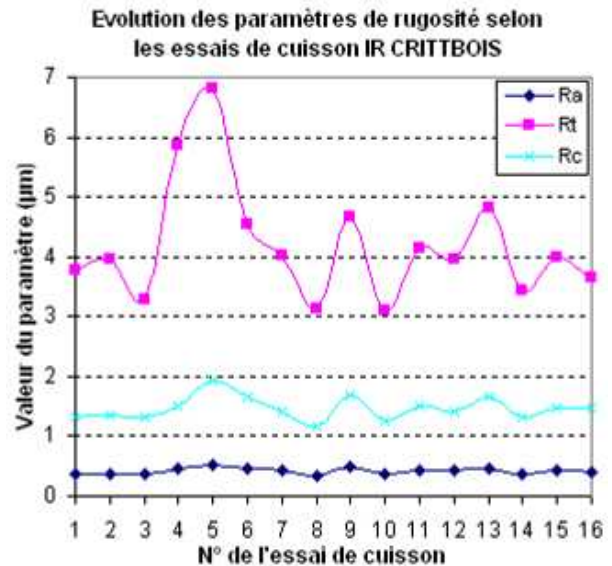


⇒ Résumé des paramètres d'amplitude et de rugosité :

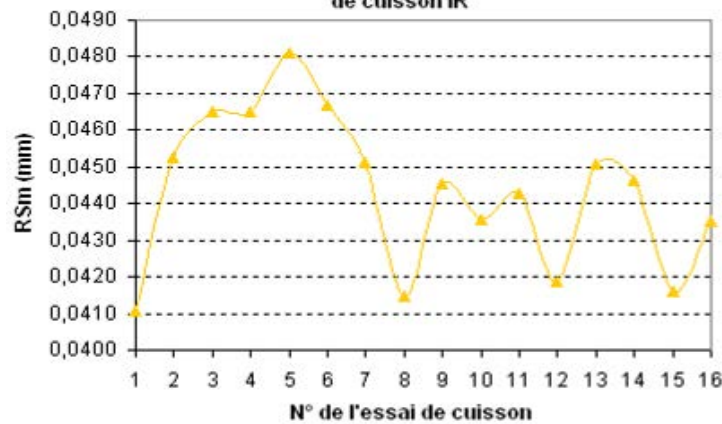
Essai de cuisson	Paramètres d'amplitude		
	Sa	St	Sz
1	5,895	48,05	36,55
2	4,03	30,60	30,60
3	4,7	32,85	32,85
4	4,47	56,55	35,85
5	5,80	67,30	46,95
6	5,15	63,55	43,70
7	4,3	35,2	30,05
8	4,67	29,40	29,40
9	5,29	97,2	47,45
10	4,70	40,70	29,85
11	5,12	53,3	34,65
12	5,15	53,80	34,55
13	5,175	54,95	36
14	4,94	106,65	73,75
15	5,29	44,65	36,9
16	4,84	45,00	29,65



Essai de cuisson	Paramètres de rugosité			
	Ra	Rt	Rsm	Rc
1	0,374	3,778	0,041	1,305
2	0,383	3,967	0,045	1,344
3	0,361	3,298	0,046	1,323
4	0,446	5,853	0,047	1,505
5	0,509	6,803	0,048	1,928
6	0,459	4,543	0,047	1,665
7	0,423	4,007	0,045	1,422
8	0,339	3,122	0,041	1,182
9	0,494	4,672	0,045	1,673
10	0,364	3,092	0,044	1,250
11	0,444	4,158	0,044	1,512
12	0,436	3,962	0,042	1,421
13	0,458	4,817	0,045	1,647
14	0,374	3,428	0,045	1,308
15	0,440	3,980	0,042	1,472
16	0,408	3,643	0,044	1,460

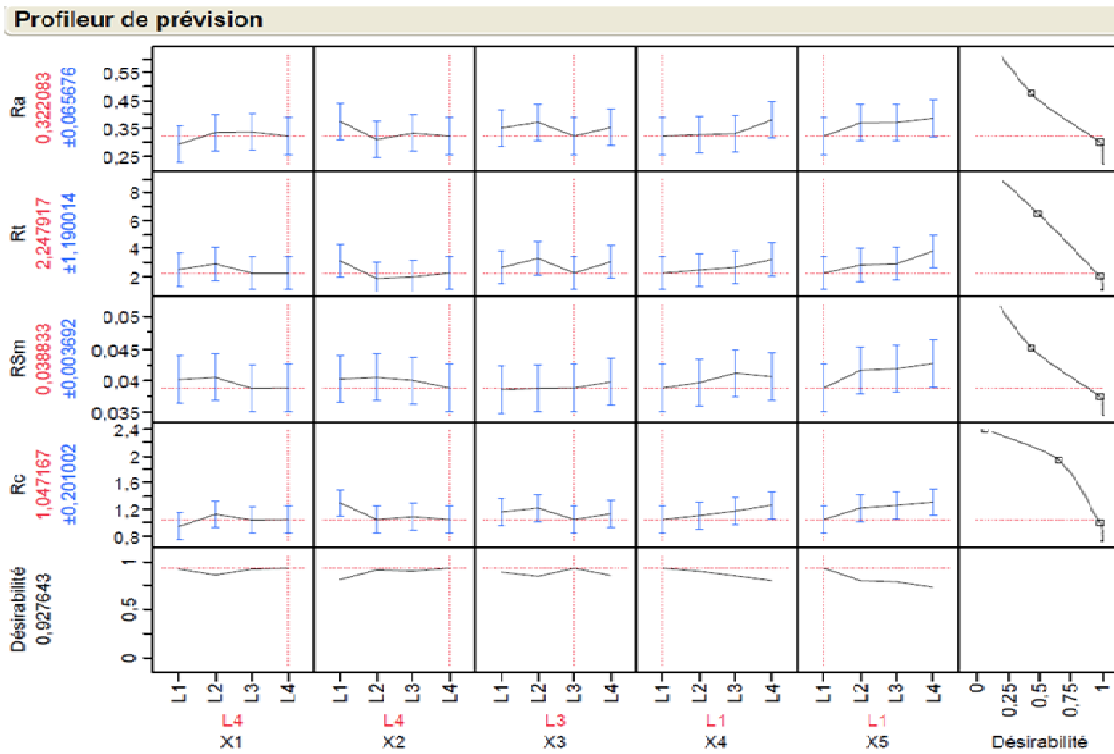


Evolution du paramètre de rugosité RSm selon les essais de cuisson IR



⇒ Criblage sur les paramètres de rugosité :

Essai de cuisson	Ra 1	Ra 2	Ra 3	Rt 1	Rt 2	Rt 3	RSm 1	RSm 2	RSm 3	Rc 1	Rc 2	Rc 3
1	0,401	0,335	0,387	2,940	3,715	4,680	0,043	0,043	0,038	1,425	1,170	1,320
2	0,307	0,428	0,413	2,690	5,275	3,935	0,044	0,045	0,047	1,057	1,430	1,545
3	0,384	0,390	0,310	2,755	4,030	3,110	0,048	0,041	0,051	1,325	1,500	1,145
4	0,393	0,496	0,449	4,665	6,885	6,010	0,048	0,046	0,046	1,365	1,670	1,480
5	0,463	0,657	0,409	4,620	9,675	6,115	0,053	0,046	0,045	1,815	2,210	1,760
6	0,428	0,481	0,468	3,540	5,125	4,965	0,054	0,044	0,042	1,730	1,675	1,590
7	0,388	0,466	0,416	3,400	4,620	4,000	0,041	0,047	0,048	1,257	1,560	1,450
8	0,342	0,338	0,337	3,530	3,025	2,810	0,043	0,041	0,040	1,190	1,195	1,160
9	0,577	0,491	0,414	5,615	4,130	4,270	0,045	0,042	0,047	2,010	1,580	1,430
10	0,370	0,367	0,356	3,135	3,170	2,970	0,045	0,046	0,040	1,270	1,315	1,165
11	0,435	0,440	0,459	4,205	3,890	4,380	0,044	0,043	0,046	1,445	1,515	1,575
12	0,405	0,468	0,434	3,225	2,740	5,920	0,045	0,040	0,040	1,415	1,535	1,313
13	0,494	0,416	0,465	5,040	5,285	4,125	0,045	0,043	0,047	1,815	1,500	1,625
14	0,347	0,383	0,392	3,565	3,430	3,290	0,046	0,042	0,045	1,180	1,290	1,455
15	0,517	0,442	0,362	4,115	4,020	3,805	0,042	0,041	0,042	1,720	1,450	1,245
16	0,404	0,344	0,476	3,640	3,250	4,040	0,046	0,041	0,044	1,495	1,280	1,605



Annexe W.7. Criblage de l'influence des paramètres de la cuisson IR (crittbois)

Somme de carrés séquentielle

Criblage pour Y1

Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X5	-0,512432	-5,94	<,0001*	0,0014*
X1	-0,270192	-3,13	0,0051*	0,1747
X2	-0,232924	-2,70	0,0116*	0,3517
X3	0,195656	2,27	0,0276*	0,6123
X4	-0,121120	-1,40	0,1575	0,9972
X5*X5	-0,187500	-2,17	0,0344*	0,6854
X5*X1	0,114109	1,32	0,1812	0,9990
X1*X1	-0,020833	-0,24	0,8148	1,0000
X5*X2	-0,105978	-1,23	0,2138	0,9997
X1*X2	-0,132681	-1,54	0,1222	0,9886
X2*X2	-0,187500	-2,17	0,0344*	0,6854
X5*X3	-0,104374	-1,21	0,2202	0,9998
X1*X3	0,016667	0,19	0,8502	1,0000
X2*X3	0,061884	0,72	0,4599	1,0000
X5*X5*X5	-0,111803	-1,30	0,1903	0,9994

Criblage pour Y2

Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X2	0,040063	5,47	<,0001*	0,0028*
X5	0,013975	1,91	0,0611	0,8672
X4	-0,010249	-1,40	0,1610	0,9975
X3	-0,006522	-0,89	0,3675	1,0000
X1	0,000932	0,13	0,9038	1,0000
X2*X2	0,002083	0,28	0,7852	1,0000
X2*X5	0,024898	3,40	0,0030*	0,1124
X5*X5	-0,002083	-0,28	0,7852	1,0000
X2*X4	-0,002425	-0,33	0,7500	1,0000
X5*X4	-0,004384	-0,60	0,5659	1,0000
X4*X4	0,022840	3,12	0,0057*	0,1832
X2*X1	-7,17e-16	-0,00	1,0000	1,0000
X5*X1	-0,024495	-3,34	0,0033*	0,1237
X4*X1	-0,007500	-1,02	0,2991	1,0000
X2*X2*X2	2,726e-16	0,00	1,0000	1,0000

Criblage pour Y3

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée	
X5	0,251558		2,00	0,0535	0,8125	
X1	0,158388		1,26	0,2087	0,9998	
X2	0,121120		0,96	0,3349	1,0000	
X3	-0,083853		-0,67	0,5159	1,0000	
X4	-0,027951		-0,22	0,8330	1,0000	
X5*X5	-0,104167		-0,83	0,4091	1,0000	
X5*X1	0,022822		*	0,18	0,8628	1,0000
X1*X1	0,104167		*	0,83	0,4091	1,0000
X5*X2	0,025581		*	0,20	0,8463	1,0000
X1*X2	0,010206		*	0,08	0,9402	1,0000
X2*X2	-0,020833		*	-0,17	0,8746	1,0000
X5*X3	-0,093046		*	-0,74	0,4587	1,0000
X1*X3	0,008333		*	0,07	0,9507	1,0000
X2*X3	-0,094889		*	-0,75	0,4501	1,0000
X5*X5*X5	-0,204973		*	-1,63	0,1134	0,9740

Criblage pour Y4

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée	
X4	0,69626		5e+12	0,0000*	0,0000*	
X1	-0,69178		-5e+12	0,0000*	0,0000*	
X2	-0,38377		-3e+12	0,0000*	0,0000*	
X3	0,34184		2,4e+12	0,0000*	0,0000*	
X5	0,13388		9,6e+11	0,0000*	0,0000*	
X4*X4	-1,76187		*	-1e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X1	0,52216		*	3,7e+12	0,0000*	0,0000*
X1*X1	-2,38187		*	-2e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X2	0,27566		*	2e+12	0,0000*	0,0000*
X1*X2	-0,36858		*	-3e+12	0,0000*	0,0000*
X2*X2	-1,02687		*	-7e+12	0,0000*	0,0000*
X4*X3	-0,00119		*	-8,5e+9	0,0000*	0,0000*
X1*X3	0,16760		*	1,2e+12	0,0000*	0,0000*
X2*X3	-0,78915		*	-6e+12	0,0000*	0,0000*
X4*X4*X4	-0,65125		*	-5e+12	0,0000*	0,0000*

Criblage pour Y5

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée	
X5	0,021704		1,99	0,0549	0,8181	
X4	0,020055		1,84	0,0727	0,9037	
X2	-0,015014		-1,38	0,1683	0,9982	
X1	0,009918		0,91	0,3601	1,0000	
X3	-0,005204		-0,48	0,6485	1,0000	
X5*X5	-0,008219		-0,75	0,4461	1,0000	
X5*X4	0,011592		*	1,06	0,2869	1,0000
X4*X4	0,011302		*	1,04	0,3015	1,0000
X5*X2	-0,005101		*	-0,47	0,6541	1,0000
X4*X2	-0,014952		*	-1,37	0,1689	0,9983
X2*X2	0,002601		*	0,24	0,8183	1,0000
X5*X1	-0,017189		*	-1,58	0,1180	0,9842
X4*X1	0,011943		*	1,10	0,2726	1,0000
X2*X1	-0,005717		*	-0,52	0,6134	1,0000
X5*X5*X5	0,007565		*	0,69	0,4857	1,0000

Annexe W.8. Ajustement du modèle selon le critère des moindres carrés

• Adhérence du feuil sec : Y1

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,1875		0,058926	37,12	<,0001*
X1[L1]	0,3125		0,102062	3,06	0,0044*
X1[L2]	0,2291667		0,102062	2,25	0,0318*
X1[L3]	-0,1875		0,102062	-1,84	0,0755
X1[L4]	-0,354167		0,102062	-3,47	0,0015*
X2[L1]	0,1458333		0,102062	1,43	0,1627
X2[L2]	0,2291667		0,102062	2,25	0,0318*
X2[L3]	0,1458333		0,102062	1,43	0,1627
X2[L4]	-0,520833		0,102062	-5,10	<,0001*
X3[L1]	-0,1875		0,102062	-1,84	0,0755
X3[L2]	-0,270833		0,102062	-2,65	0,0123*
X3[L3]	0,2291667		0,102062	2,25	0,0318*
X3[L4]	0,2291667		0,102062	2,25	0,0318*
X4[L1]	-0,020833		0,102062	-0,20	0,8395
X4[L2]	0,3125		0,102062	3,06	0,0044*
X4[L3]	-0,020833		0,102062	-0,20	0,8395
X4[L4]	-0,270833		0,102062	-2,65	0,0123*
X5[L1]	0,5625		0,102062	5,51	<,0001*
X5[L2]	0,2291667		0,102062	2,25	0,0318*
X5[L3]	0,1458333		0,102062	1,43	0,1627
X5[L4]	-0,9375	0,102062	-9,19	<,0001*	

• Résistance à la rayure : Y2

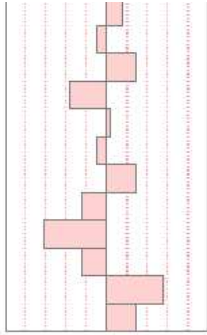
Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,60625		0,006588	92,02	<,0001*
X1[L1]	0,0104167		0,011411	0,91	0,3681
X1[L2]	-0,022917		0,011411	-2,01	0,0531
X1[L3]	0,0104167		0,011411	0,91	0,3681
X1[L4]	0,0020833		0,011411	0,18	0,8563
X2[L1]	-0,047917		0,011411	-4,20	0,0002*
X2[L2]	-0,03125		0,011411	-2,74	0,0100*
X2[L3]	0,0270833		0,011411	2,37	0,0238*
X2[L4]	0,0520833		0,011411	4,56	<,0001*
X3[L1]	0,0020833		0,011411	0,18	0,8563
X3[L2]	0,0270833		0,011411	2,37	0,0238*
X3[L3]	-0,03125		0,011411	-2,74	0,0100*
X3[L4]	0,0020833		0,011411	0,18	0,8563
X4[L1]	0,04375		0,011411	3,83	0,0006*
X4[L2]	-0,022917		0,011411	-2,01	0,0531
X4[L3]	-0,039583		0,011411	-3,47	0,0015*
X4[L4]	0,01875		0,011411	1,64	0,1101
X5[L1]	-0,014583		0,011411	-1,28	0,2104
X5[L2]	-0,022917		0,011411	-2,01	0,0531
X5[L3]	0,0270833		0,011411	2,37	0,0238*
X5[L4]	0,0104167	0,011411	0,91	0,3681	

• Résistance à l'acétone : Y3

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,1458333		0,09081	23,63	<,0001*
X1[L1]	-0,0625		0,157288	-0,40	0,6937
X1[L2]	-0,3125		0,157288	-1,99	0,0556
X1[L3]	0,1041667		0,157288	0,66	0,5125
X1[L4]	0,2708333		0,157288	1,72	0,0947
X2[L1]	-0,145833		0,157288	-0,93	0,3608
X2[L2]	-0,145833		0,157288	-0,93	0,3608
X2[L3]	0,1875		0,157288	1,19	0,2420
X2[L4]	0,1041667		0,157288	0,66	0,5125

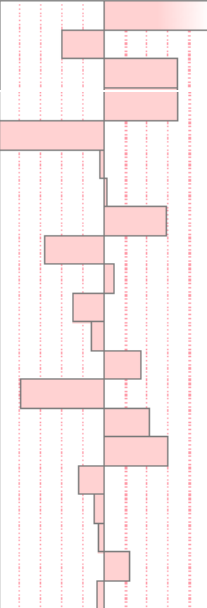
ANNEXES

X3[L1]	0,1041667	0,157288	0,66	0,5125
X3[L2]	-0,0625	0,157288	-0,40	0,6937
X3[L3]	0,1875	0,157288	1,19	0,2420
X3[L4]	-0,229167	0,157288	-1,46	0,1549
X4[L1]	0,0208333	0,157288	0,13	0,8955
X4[L2]	-0,0625	0,157288	-0,40	0,6937
X4[L3]	0,1875	0,157288	1,19	0,2420
X4[L4]	-0,145833	0,157288	-0,93	0,3608
X5[L1]	-0,395833	0,157288	-2,52	0,0171*
X5[L2]	-0,145833	0,157288	-0,93	0,3608
X5[L3]	0,3541667	0,157288	2,25	0,0313*
X5[L4]	0,1875	0,157288	1,19	0,2420



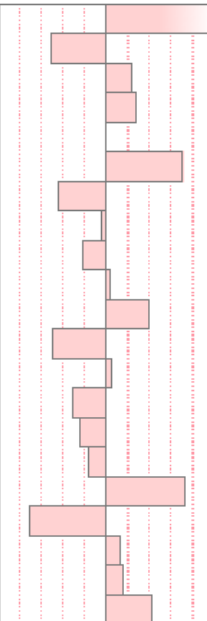
• Taux de réticulation : Y4

Terme	Estimation des coefficients codés	Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	74,078125	2,222e-7	333358575	<,0001*
X1[L1]	-1,350625	3,849e-7	-3509100	<,0001*
X1[L2]	2,381875	3,849e-7	6188423,0	<,0001*
X1[L3]	2,381875	3,849e-7	6188423,0	<,0001*
X1[L4]	-3,413125	3,849e-7	-8867745	<,0001*
X2[L1]	-0,128125	3,849e-7	-332885,5	<,0001*
X2[L2]	0,046875	3,849e-7	121787,38	<,0001*
X2[L3]	2,006875	3,849e-7	5214123,9	<,0001*
X2[L4]	-1,925625	3,849e-7	-5003026	<,0001*
X3[L1]	0,331875	3,849e-7	862254,68	<,0001*
X3[L2]	-1,033125	3,849e-7	-2684194	<,0001*
X3[L3]	-0,458125	3,849e-7	-1190269	<,0001*
X3[L4]	1,159375	3,849e-7	3012208,0	<,0001*
X4[L1]	-2,693125	3,849e-7	-6997091	<,0001*
X4[L2]	1,441875	3,849e-7	3746179,9	<,0001*
X4[L3]	2,081875	3,849e-7	5408983,7	<,0001*
X4[L4]	-0,830625	3,849e-7	-2158072	<,0001*
X5[L1]	-0,328125	3,849e-7	-852511,7	<,0001*
X5[L2]	-0,213125	3,849e-7	-553726,6	<,0001*
X5[L3]	0,811875	3,849e-7	2109357,5	<,0001*
X5[L4]	-0,270625	3,849e-7	-703119,2	<,0001*



• Rugosité de surface : Y5

Terme	Estimation des coefficients codés	Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,4194896	0,008048	52,12	<,0001*
X1[L1]	-0,028573	0,01394	-2,05	0,0487*
X1[L2]	0,0132188	0,01394	0,95	0,3501
X1[L3]	0,0149271	0,01394	1,07	0,2923
X1[L4]	0,0004271	0,01394	0,03	0,9757
X2[L1]	0,0394271	0,01394	2,83	0,0080*
X2[L2]	-0,024406	0,01394	-1,75	0,0896
X2[L3]	-0,002323	0,01394	-0,17	0,8687
X2[L4]	-0,012698	0,01394	-0,91	0,3692
X3[L1]	0,0020521	0,01394	0,15	0,8839
X3[L2]	0,0223854	0,01394	1,61	0,1181
X3[L3]	-0,027656	0,01394	-1,98	0,0559
X3[L4]	0,0032187	0,01394	0,23	0,8189
X4[L1]	-0,017823	0,01394	-1,28	0,2103
X4[L2]	-0,013615	0,01394	-0,98	0,3361
X4[L3]	-0,00899	0,01394	-0,64	0,5236
X4[L4]	0,0404271	0,01394	2,90	0,0067*
X5[L1]	-0,04024	0,01394	-2,89	0,0069*
X5[L2]	0,0072188	0,01394	0,52	0,6081
X5[L3]	0,0092187	0,01394	0,66	0,5132
X5[L4]	0,0238021	0,01394	1,71	0,0974



Annexe W.9. Paramètres de la cuisson IR optimisés sur la poudre 700LB gris

	Paramètre de cuisson IR	Tests de finitions					MOYENNE
		Arrachement	Rayure	Acétone	Taux de conversion	Ra	
Four IR	Distance des plaques (cm)	80	140	80	120	160	116
	Puissance des plaques (W/cm)	2,2	2,2	1,91	1,91	1,91	2,026
	Ventilation de refoulement (%)	70	75	80	85	80	78
	Vitesse d'amanage (m/min)	1,3	0,7	1,1	1,3	0,7	1,02
	Temps passé dans le four (min)	360,0	300	300	300	180	288

Annexe W.10. Vérification des paramètres de cuisson IR sur d'autres poudres

Poudres testées:

ref	Epoxy-Polyester	700LB	Gris grainé RAL 7021	grainé	MDF		DJA 208/6
	Epoxy-Polyester	700LB	Brun RAL 8014	grainé	MDF	FM351F	
	Epoxy	100LB	rouge	lisse mat	MDF		DJC 207/6
	Epoxy	100LB	blanc RAL 9010	lisse mat	MDF		DJB 214/4
	Epoxy	100LB	gris RAL 7015	lisse mat	MDF		DJC 208/4
	Epoxy	100LB	vernis	lisse mat	MDF		DJD 203/4

• Epaisseur du feuil :

Résultats Epaisseur (NF EN ISO 2808) :

	Essais	Epaisseur 1 (µm)	Epaisseur 2 (µm)	Epaisseur 3 (µm)	Moyenne (µm)	Etendue
700LB	Gris grainé RAL 7021	90	100	100	96,7	10
	Brun lisse mat RAL 8014	100	85	90	91,7	15
100LB	Rouge lisse mat 207/6	100	100	100	100,0	0
	Blanc lisse mat RAL 9010 DJB214/4	100	100	90	96,7	10
	Gris lisse mat RAL 7015 DJC208/4	90	90	100	93,3	10
	Vernis lisse mat DJD203/4	120	115	110	115,0	10
	moyenne :				98,89	9,17

• Résistance à l'adhérence par quadrillage :

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

	Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue
700LB	Gris grainé RAL 7021	1	1	2	1,33	1
	Brun grainé RAL 8014	1	1	2	1,33	1
100LB	Rouge lisse mat 207/6	1	1	2	1,33	1
	Blanc lisse mat RAL 9010 DJB214/4	1	1	2	1,33	1
	Gris lisse mat RAL 7015 DJC208/4	2	2	1	1,67	1
	Vernis lisse mat DJD203/4	2	2	3	2,33	1
	moyenne :				1,56	1,00

• Résistance à la rayure :

Résultats Rayure (NF EN 115186) :

	Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue
700LB	Gris grainé RAL 7021	0,7	0,8	0,7	0,73	0
	Brun grainé RAL 8014	0,5	0,6	0,5	0,53	0
100LB	Rouge lisse mat 207/6	0,8	0,9	0,9	0,87	0
	Blanc lisse mat RAL 9010 DJB214/4	0,8	0,8	0,8	0,80	0
	Gris lisse mat RAL 7015 DJC208/4	0,6	0,5	0,6	0,57	0
	Vernis lisse mat DJD203/4	0,7	0,7	0,8	0,73	0
moyenne :					0,71	0,08

• Résistance à l'acétone :

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :

	Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue
700LB	Gris grainé RAL 7021	4	3	4	3,67	1
	Brun grainé RAL 8014	3	4	4	3,67	1
100LB	Rouge lisse mat 207/6	4	4	5	4,33	1
	Blanc lisse mat RAL 9010 DJB214/4	3	4	5	4,00	2
	Gris lisse mat RAL 7015 DJC208/4	4	4	4	4,00	0
	Vernis lisse mat DJD203/4	4	4	4	4,00	0
moyenne :					3,94	0,83

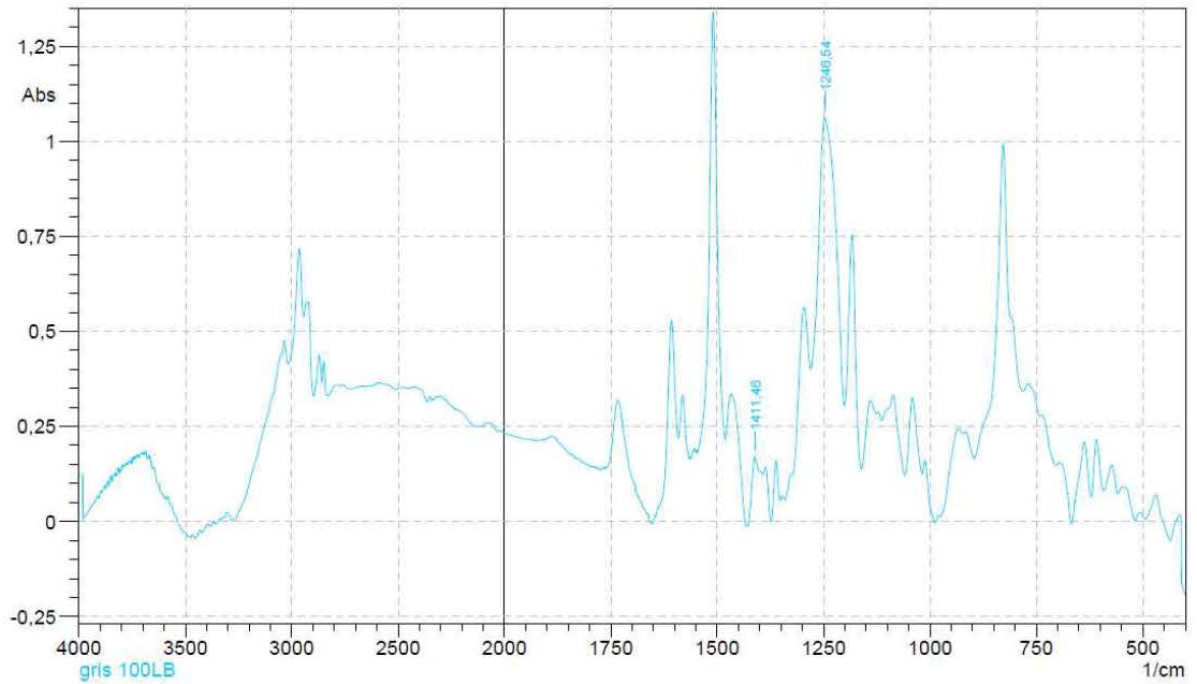
• Taux de conversion :

Essai de cuisson		Aires des pics IR				Taux de conversion (%)
		poudre brute		poudre cuite		
		caract: 1410 cm ⁻¹ : epoxydes	ref: 1242 cm ⁻¹ : epoxydes	caract: 1410 cm ⁻¹ : epoxydes	ref: 1242 cm ⁻¹ : epoxydes	
700LB	Gris grainé RAL 7021	49,6808	6,0876	13,3657	2,8768	43,070212
	Brun grainé RAL 8014	54,7184	5,8339	14,7642	4,6791	66,358668
Essai de cuisson		poudre brute		poudre cuite		Taux de conversion (%)
		ref: 1242 cm ⁻¹ : epoxydes	caract: 1410 cm ⁻¹ : epoxydes	ref: 1242 cm ⁻¹ : epoxydes	caract: 1410 cm ⁻¹ : epoxydes	
100LB	Rouge lisse mat 207/6	63,98	2,78	24,28	1,16	8,79
	Blanc lisse mat RAL 9010 DJB214/4	70,69	1,40	5,55	6,48	98,31
	Gris lisse mat RAL 7015 DJC208/4	58,60	1,48	23,00	2,67	78,33
	Vernis lisse mat DJD203/4	67,05	1,52	48,39	3,85	71,58

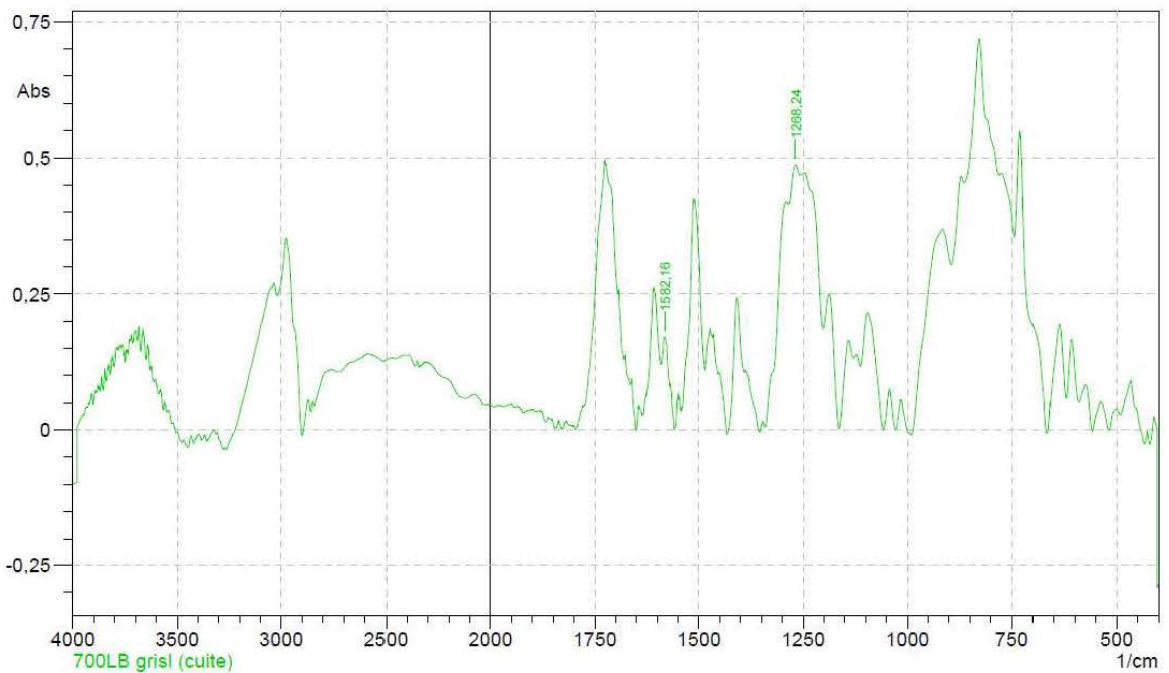
ANNEXES

⇒ Les spectres FTIR :

• Gris 700LB :



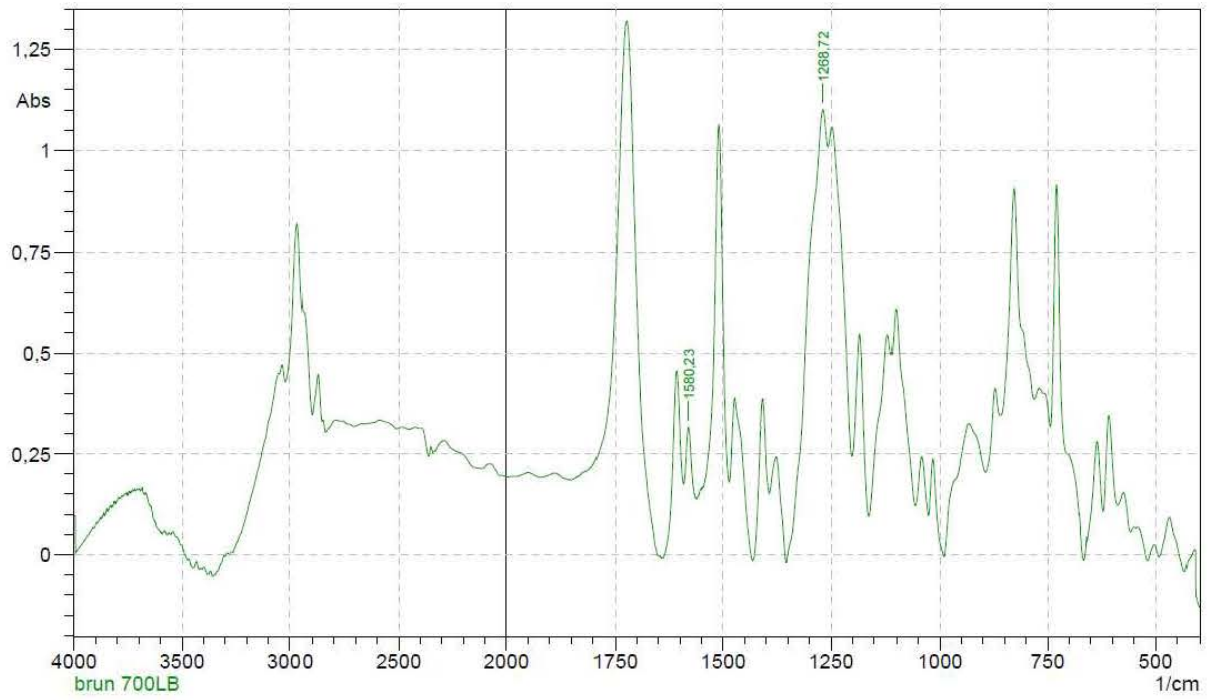
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1246,54	1,0614	0,7013	1280,29	1201,21	58,5977	30,676
2	1411,46	0,1697	0,016	1426,89	1410,49	1,4768	0,1893



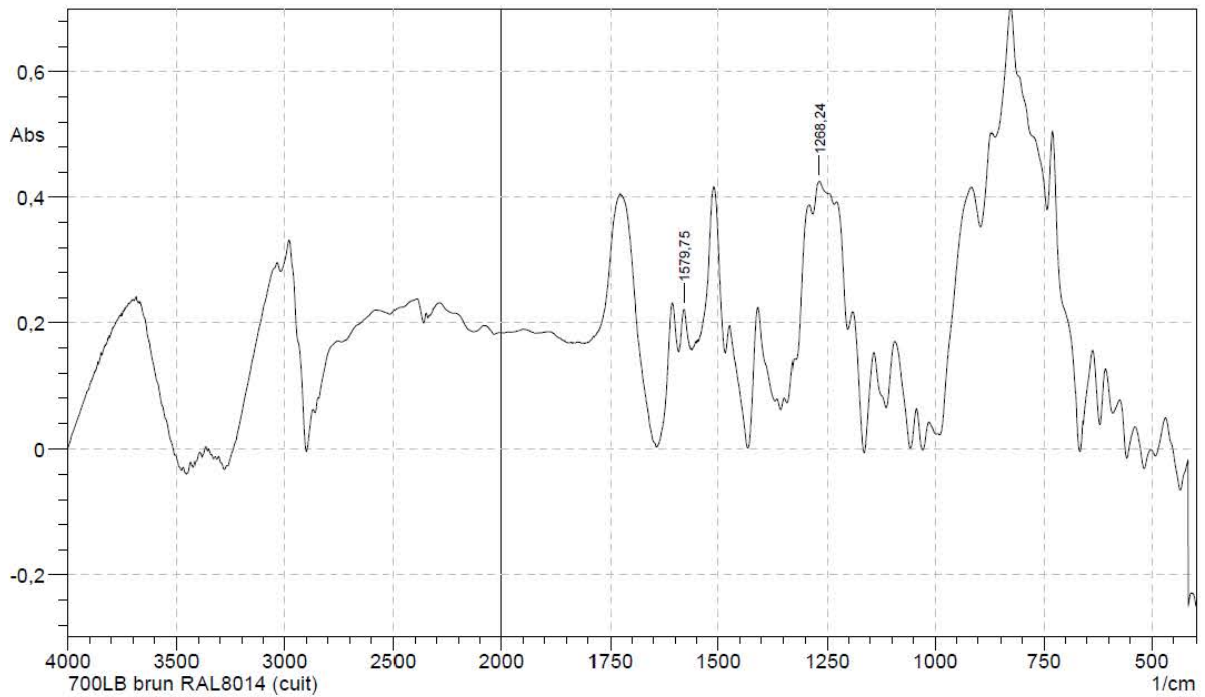
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1268,24	0,4869	0,0415	1285,12	1256,18	13,3657	0,6099
2	1582,16	0,1701	0,0667	1590,84	1569,63	2,8768	0,761

ANNEXES

• Brun 700LB :



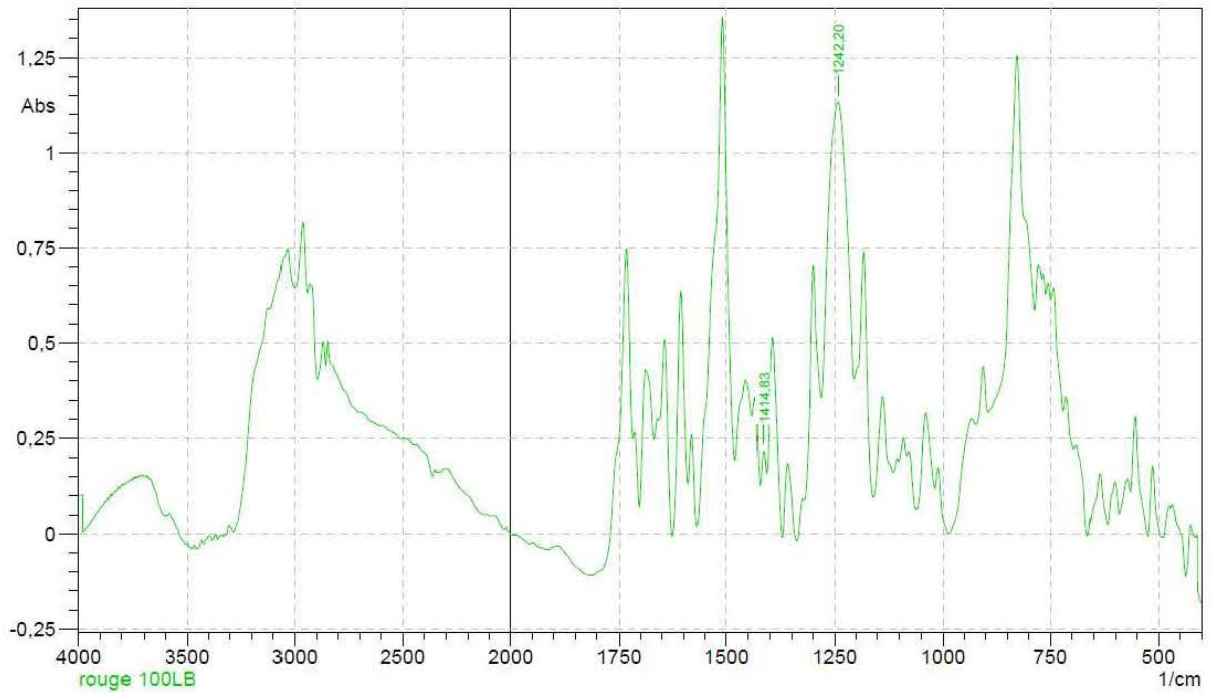
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1268,72	1,1007	0,2152	1354,07	1257,15	54,7184	6,8291
2	1580,23	0,3161	0,1526	1591,81	1567,21	5,8339	1,8301



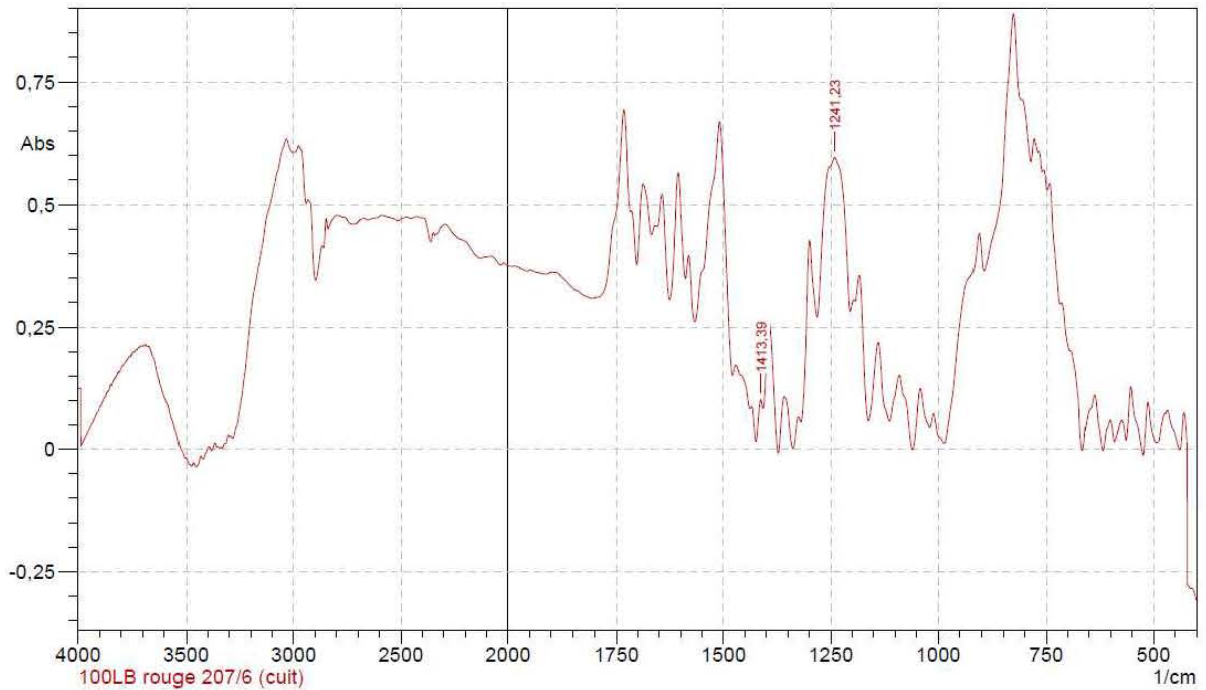
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1268,24	0,4254	0,0384	1283,67	1247,5	14,7642	0,6819
2	1579,75	0,2214	0,063	1591,81	1567,21	4,6791	0,7823

ANNEXES

• Rouge 100LB :



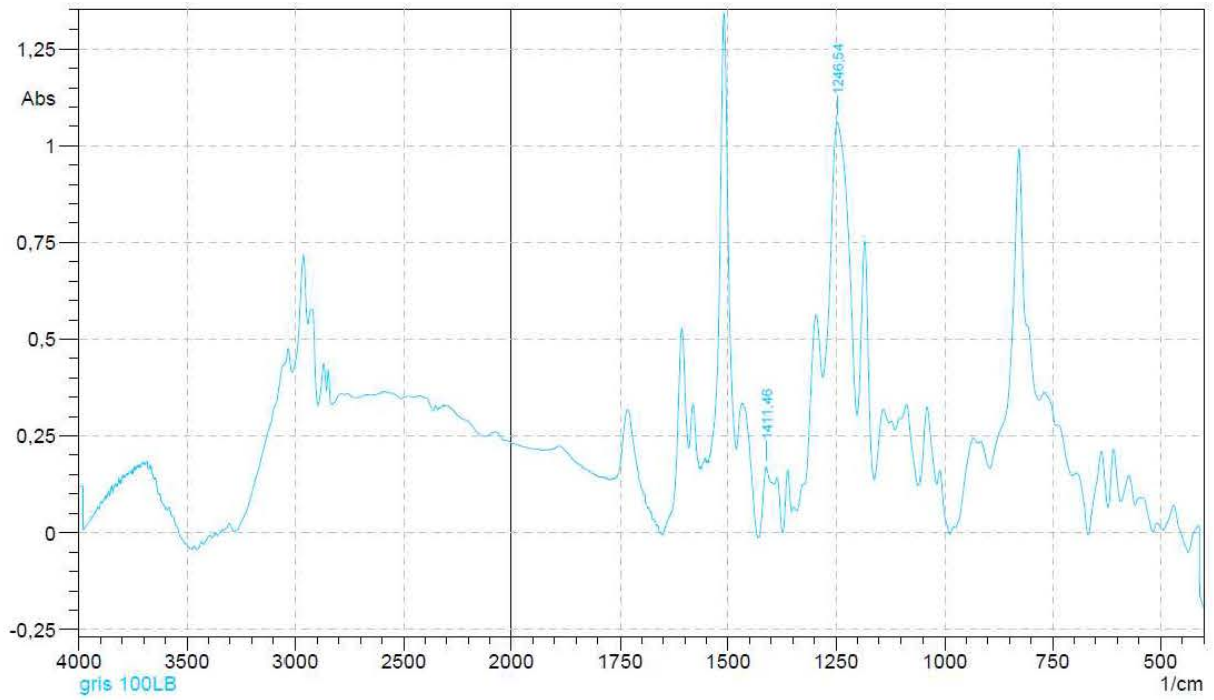
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1242,2	1,1331	0,7524	1281,74	1205,07	63,9761	34,8469
2	1414,83	0,2169	0,0714	1423,51	1408,08	2,7836	0,571



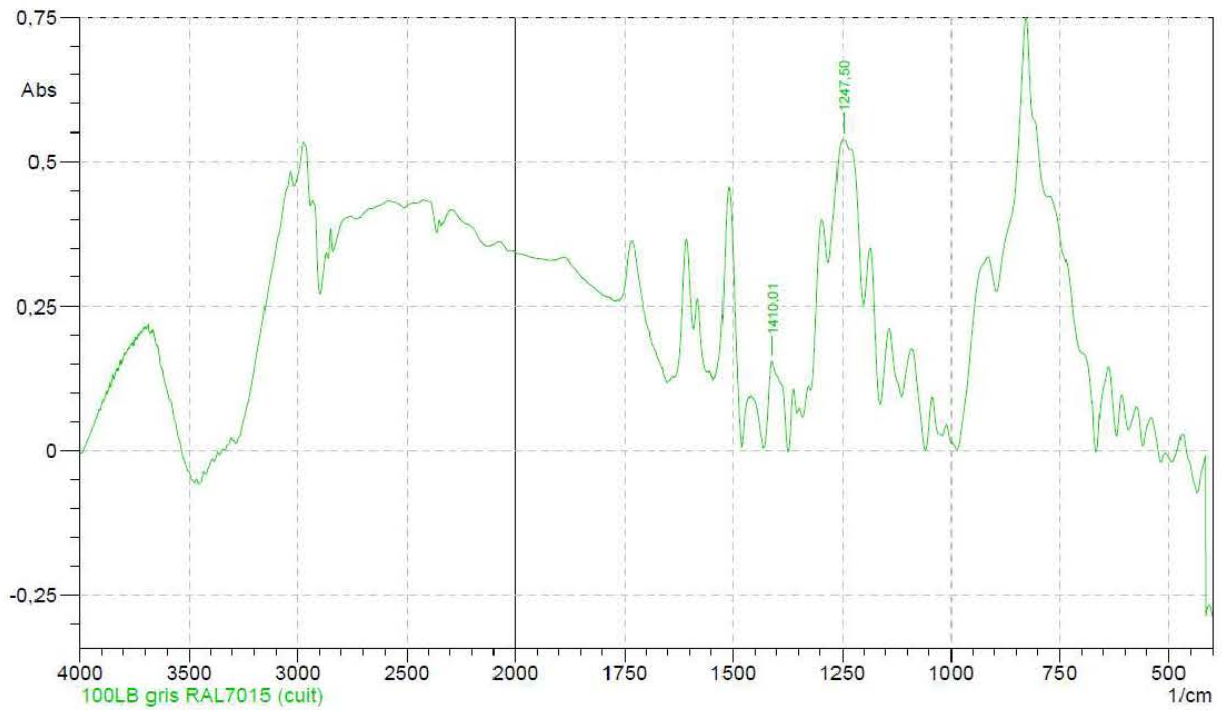
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1241,23	0,5959	0,0852	1251,84	1204,59	24,283	3,9782
2	1413,39	0,1024	0,04	1424,48	1408,08	1,1584	0,3397

ANNEXES

• Gris 100LB :

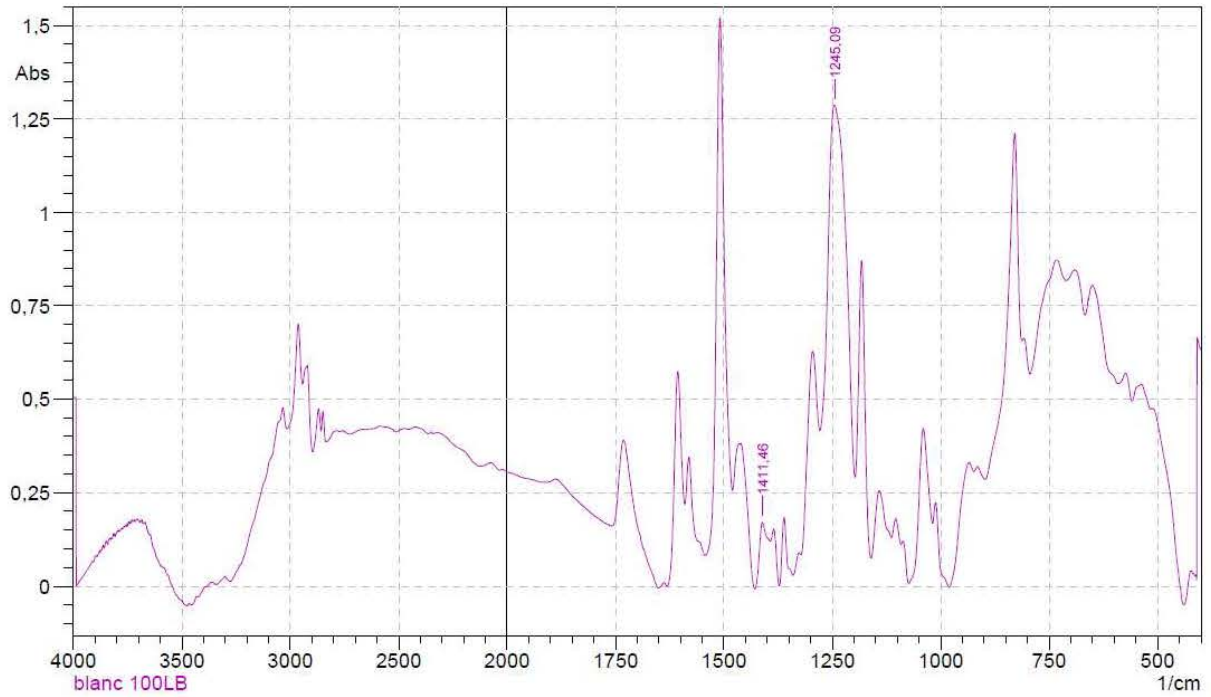


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1246,54	1,0614	0,7013	1280,29	1201,21	58,5977	30,676
2	1411,46	0,1697	0,016	1426,89	1410,49	1,4768	0,1893

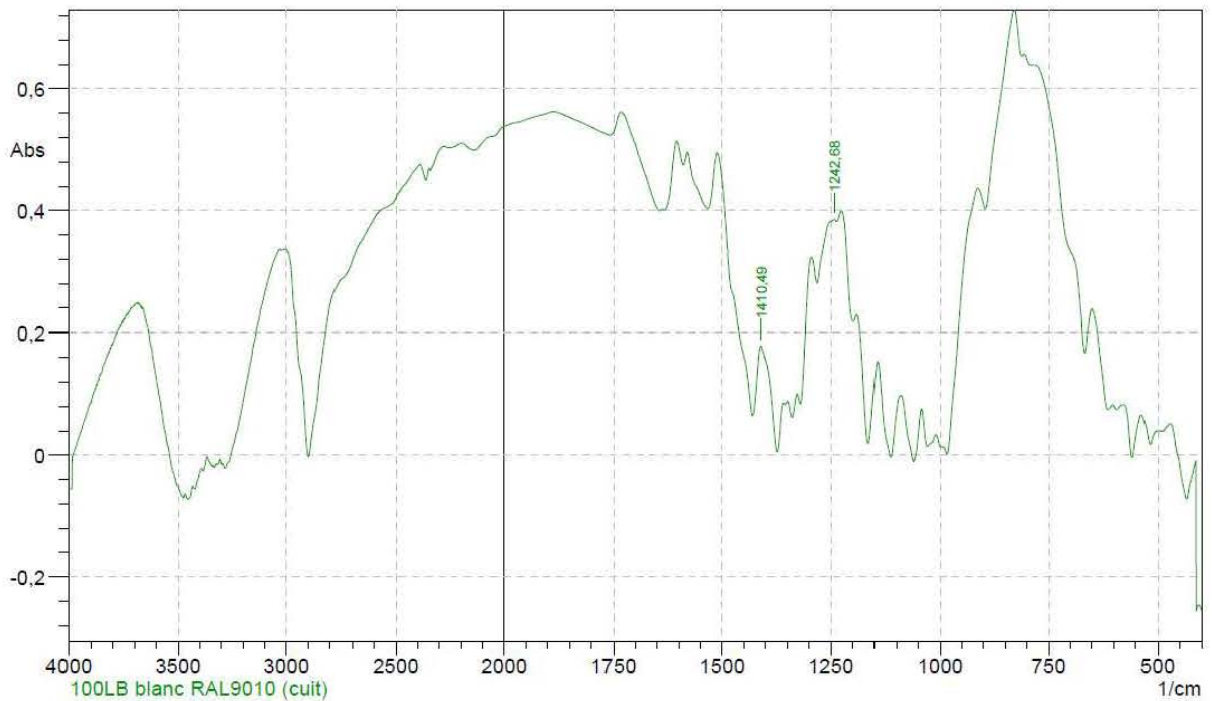


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1247,5	0,5387	0,0773	1281,26	1232,55	22,9986	2,3766
2	1410,01	0,1533	0,0011	1410,49	1390,24	2,6747	-0,0441

• Blanc 100LB :

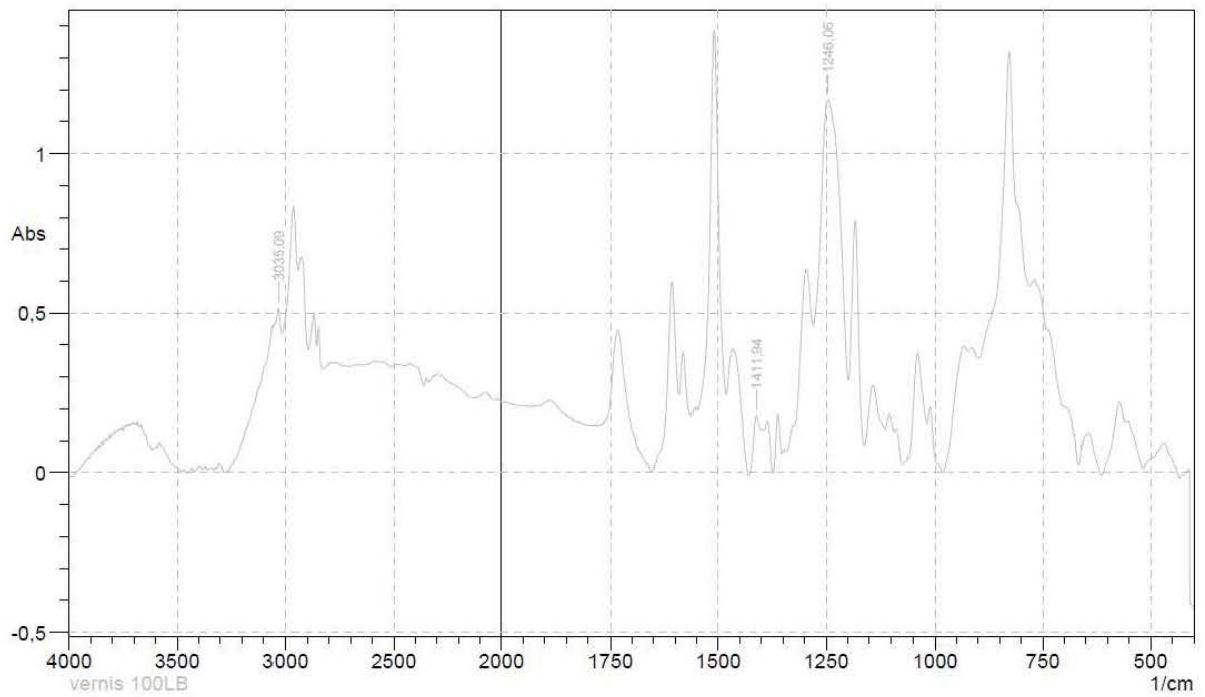


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1245,09	1,2876	0,924	1278,85	1197,83	70,6907	42,0669
2	1411,46	0,171	0,012	1428,34	1410,49	1,3956	-0,0417

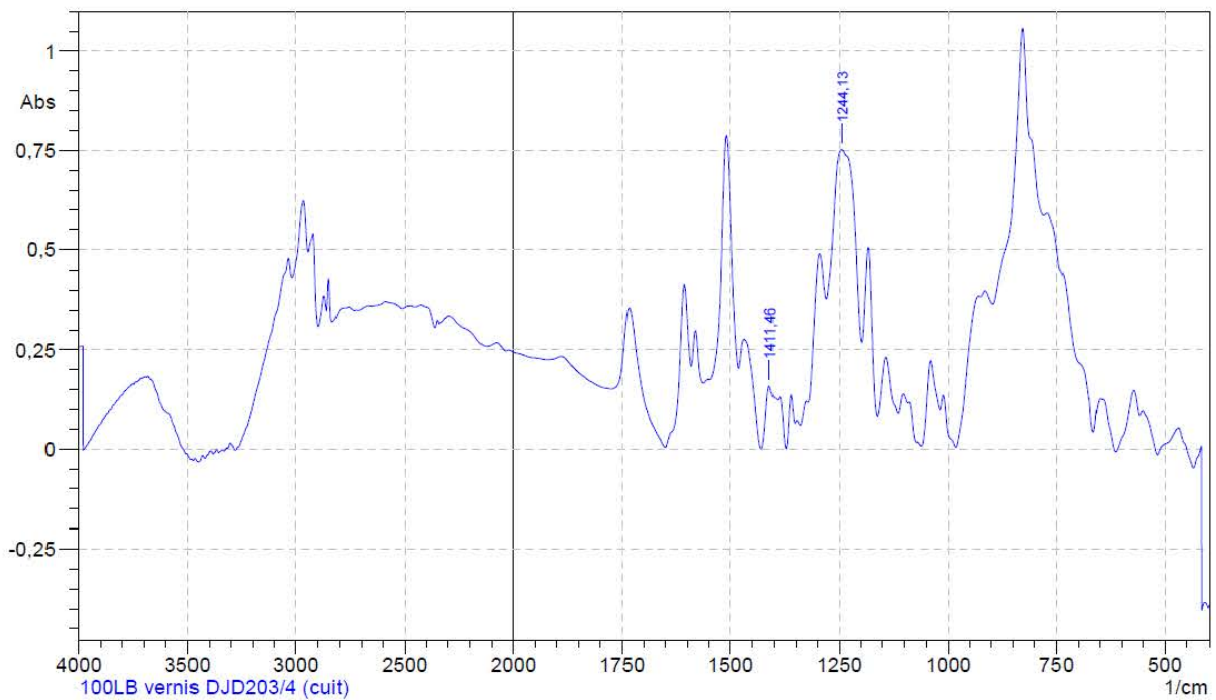


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1242,68	0,3857	0,004	1250,88	1236,41	5,5468	0,0261
2	1410,49	0,1792	0,135	1429,78	1373,36	6,4821	4,5196

• Vernis 100LB :



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1246,06	1,1677	0,7762	1279,81	1198,32	67,0462	36,3276
2	1411,94	0,1776	0,0208	1426,89	1410,49	1,517	0,1468



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1244,13	0,7521	0,4221	1280,29	1198,32	48,3906	21,8598
2	1411,46	0,1588	0,1001	1428,34	1392,65	3,8525	1,6396

Annexe X. ÉTUDE DE LA CUISSON DE LA POUDRE SOUS RAYONNEMENT IR+UV (CRITTBOIS)

• Etude de l'installation semi-industrielle (CrittBois)

L'étude est effectuée avec la poudre à polymérisation sous rayonnement UV de type *640UV rouge lisse mat RAL 3020 (DJB 211/5)* (uréthane-acrylique et polyester insaturé semi-cristallin) avec une Tg de 37,75°C (Annexe C4).

• Les paramètres variables et plans expérimentaux Taguchi

Les essais se font avec les paramètres de poudrage qui permettent d'obtenir une centaine de microns. Pour le choix des facteurs de cuisson et des modalités à étudier, nous avons pris comme valeurs centrales les indications données par les formulateurs de poudre (température de polymérisation et temps de cuisson approximatif) ainsi que les prescriptions données par les fabricants de fours IR et des tunnels UV en ce qui concerne les seuils de sécurité (notamment en termes de ventilation). Les paramètres testés pour les deux types de cuisson sont décrits dans le tableau suivant:

CUISSON IR +UV (CRITTBOIS)		Modalités		
		1	2	3
A	Distance des plaques IR (mm)	160	120	80
B	Puissance des plaques IR (W/cm ²)	1,51	1,91	2,2
C	Ventilation de refoulement IR (%)	70	80	90
D	Vitesse d'avance IR (m/min)	0,7	1	1,3
E	Temps passé dans le four IR (s)	180	260	420
F	Nombre de lampes UV	2	3	4
G	Vitesse d'avance UV (m/min)	3	4	5

Les paramètres des cuissons IR+UV étudiées au CrittBois

Dans la zone IR, la ventilation d'aspiration ne peut pas être modifiée car elle constitue une sécurité. Elle est fixée à 75% de sa puissance maximale (elle ne peut en aucun cas être abaissée par rapport à cette valeur). La vitesse d'aménagement est intéressante à étudier car elle permet de faire varier la vitesse de montée en température des pièces au tout début de son insertion dans le four.

Nous avons 7 facteurs et 3 niveaux ; on utilise donc une table de Taguchi L₂₇.

Annexe X.1. Grammage et épaisseur finale de la poudre UV640 rouge sur MDF

Essai	Masse éprouvette brute (g)	Masse éprouvette poudrée	Grammage de poudre (g/m ²)	Essais	Epaisseur 1 (µm)	Epaisseur 2 (µm)	Epaisseur 3 (µm)	Moyenne (µm)	Etendue		
1	652,31	656,14	85,11	1	100	110	100	103,33	10		
2	650,52	654,70	92,89	2	100	110	100	103,33	10		
3	649,85	654,11	94,67	3	110	100	120	110,00	20		
4	658,04	661,05	86,89	4	90	100	80	90,00	20		
5	652,29	657,03	105,33	5	140	120	110	123,33	30		
6	658,07	662,49	98,22	6	100	100	100	100,00	0		
7	648,44	652,08	80,89	7	100	100	100	100,00	0		
8	655,72	658,11	53,11	8	60	70	60	63,33	10		
9	659,38	662,87	77,56	9	100	100	110	103,33	10		
10	659,30	662,88	79,56	10	100	120	100	106,67	20	cloquage	
11	664,61	668,91	95,56	11	130	130	110	123,33	20		
12	575,44	579,32	86,22	12	140	120	120	126,67	20	lisse	
13	661,52	664,63	69,11	13	100	100	80	93,33	20		
14	638,46	641,25	62,00	14	100	100	100	100,00	0		
15	670,70	673,68	86,22	15	110	80	90	93,33	30		
16	663,63	666,41	61,78	16	110	90	100	100,00	20		
17	652,49	655,35	63,56	17	80	80	80	80,00	0		
18	662,74	665,75	86,89	18	100	100	100	100,00	0	lisse	
19	666,51	672,54	134,00	19	120	110	110	113,33	10		
20	666,10	669,40	73,33	20	100	100	90	96,67	10		
21	657,62	662,33	104,67	21	120	130	120	123,33	10		
22	660,83	663,49	59,11	22	90	100	90	93,33	10	cloquage	
23	653,80	656,52	60,44	23	100	100	80	93,33	20		
24	657,51	660,13	58,22	24	90	90	100	93,33	10		
25	650,35	655,02	103,78	25	140	120	130	130,00	20		
26	655,92	658,81	64,22	26	150	150	150	150,00	0		
27	657,61	662,98	119,33	27	100	90	100	96,67	10		
								moyenne :	104,07	12,59	

Annexe X.2. Influence des paramètres sur l'adhérence du feuil sec

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais	Adhérence 1	Adhérence 2	Adhérence 3	Moyenne	Etendue		
1	2	2	2	2,00	0		
2	2	3	3	2,67	1		
3	2	2	2	2,00	0		
4	2	2	2	2,00	0		
5	3	2	2	2,33	1		
6	3	3	3	3,00	0		
7	3	3	3	3,00	0		
8	2	2	3	2,33	1		
9	5	2	2	3,00	3		
10	2	1	2	1,67	1		
11	3	2	2	2,33	1		
12	3	3	3	3,00	0		
13	2	2	2	2,00	0		
14	2	2	2	2,00	0		
15	2	3	2	2,33	1		
16	3	2	3	2,67	1		
17	3	3	3	3,00	0		
18	2	2	2	2,00	0		
19	2	2	2	2,00	0		
20	2	2	2	2,00	0		
21	2	2	2	2,00	0		
22	2	2	2	2,00	0		
23	2	2	2	2,00	0		
24	2	2	2	2,00	0		
25	2	2	2	2,00	0		
26	3	2	2	2,33	1		
27	1	2	2	1,67	1		
					moyenne :	2,27	0,44

Effets des facteurs pour la résistance à l'adhérence :

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	2,48	2,19	2,26	1,07	2,15	2,30	2,22	2,30	2,30	2,19	2,07	2,37	2,33
	2	2,33	2,19	2,26	2,33	2,33	2,15	2,30	2,19	2,30	2,41	2,44	2,30	2,48
	3	2,00	2,44	2,30	2,37	2,33	2,37	2,30	2,30	2,22	2,22	2,30	2,15	2,00
Etendue	1	0,67	0,33	0,22	0,44	0,22	0,22	0,22	0,44	0,33	0,22	0,67	0,44	0,89
	2	0,44	0,22	0,56	0,22	0,56	0,67	0,44	0,67	0,67	0,67	0,44	0,38	0,22
	3	0,22	0,78	0,56	0,67	0,56	0,44	0,67	0,22	0,33	0,44	0,22	0,56	0,22

Annexe X.3. Influence des paramètres sur la résistance à la rayure

Résultats Rayure (NF EN 115186) :

Essais	Rayure 1	Rayure 2	Rayure 3	Moyenne	Etendue	
1	0,7	0,7	0,6	0,67	0,1	
2	0,7	0,6	0,6	0,63	0,1	
3	0,5	0,4	0,5	0,47	0,1	
4	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
5	0,7	0,6	0,7	0,67	0,1	
6	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
7	0,7	0,7	0,8	0,73	0,1	
8	0,7	0,7	0,7	0,70	0,0	
9	0,5	0,5	0,6	0,53	0,1	
10	0,6	0,6	0,7	0,63	0,1	
11	0,6	0,5	0,6	0,57	0,1	
12	0,4	0,5	0,4	0,43	0,1	
13	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
14	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
15	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
16	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1	
17	0,6	0,5	0,5	0,53	0,1	
18	0,5	0,6	0,6	0,57	0,1	
19	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
20	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
21	0,6	0,5	0,6	0,57	0,1	
22	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
23	0,6	0,5	0,5	0,53	0,1	
24	0,7	0,6	0,7	0,67	0,1	
25	0,5	0,6	0,5	0,53	0,1	
26	0,6	0,6	0,6	0,60	0,0	
27	0,5	0,5	0,5	0,50	0,0	
				moyenne :	0,58	0,07

Effets des facteurs pour la résistance à la rayure :

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	0,61	0,57	0,57	0,22	0,59	0,58	0,60	0,62	0,57	0,59	0,59	0,57	0,59
	2	0,56	0,59	0,56	0,57	0,60	0,61	0,59	0,55	0,57	0,57	0,60	0,61	0,57
	3	0,56	0,59	0,60	0,59	0,55	0,55	0,56	0,54	0,60	0,58	0,54	0,56	0,58
Etendue	1	0,08	0,09	0,08	0,06	0,09	0,08	0,08	0,04	0,06	0,08	0,07	0,10	0,08
	2	0,08	0,07	0,07	0,08	0,07	0,08	0,07	0,09	0,09	0,07	0,08	0,06	0,07
	3	0,07	0,07	0,06	0,09	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,06	0,08

Annexe X.4. Influence des paramètres sur la résistance à l'acétone

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :

Essais	Acétone 1	Acétone 2	Acétone 3	Moyenne	Etendue	
1	4	4	4	4,00	0	
2	3	3	3	3,00	0	
3	3	3	3	3,00	0	
4	3	3	3	3,00	0	
5	4	4	3	3,67	1	
6	3	3	3	3,00	0	
7	4	4	4	4,00	0	
8	3	3	3	3,00	0	
9	3	3	3	3,00	0	
10	3	3	3	3,00	0	
11	4	4	4	4,00	0	
12	3	3	3	3,00	0	
13	3	3	3	3,00	0	
14	3	3	3	3,00	0	
15	3	3	3	3,00	0	
16	3	3	3	3,00	0	
17	3	3	3	3,00	0	
18	3	3	3	3,00	0	
19	3	3	3	3,00	0	
20	3	3	3	3,00	0	
21	3	3	3	3,00	0	
22	4	4	4	4,00	0	
23	4	3	4	3,67	1	
24	4	4	4	4,00	0	
25	3	3	3	3,00	0	
26	3	3	3	3,00	0	
27	3	3	3	3,00	0	
				moyenne :	3,23	0,07

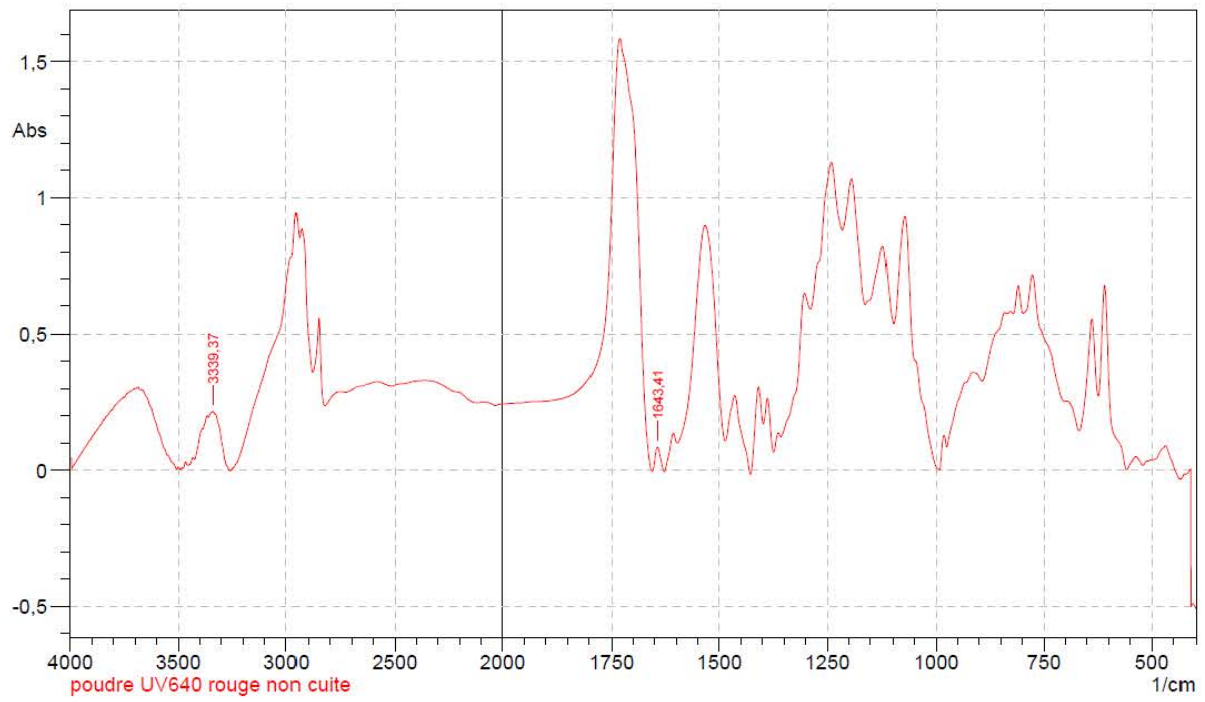
Effets des facteurs pour la résistance à l'acétone :

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	3,30	3,22	3,41	1,11	3,33	3,30	3,44	3,22	3,22	3,30	3,26	3,30	3,41
	2	3,11	3,37	3,19	3,07	3,26	3,19	3,19	3,22	3,07	3,11	3,33	3,22	3,19
	3	3,30	3,11	3,11	3,52	3,11	3,22	3,07	3,11	3,41	3,30	3,11	3,19	3,11
Etendue	1	0,11	0,00	0,11	0,00	0,00	0,11	0,00	0,00	0,11	0,00	0,00	0,11	0,11
	2	0,00	0,22	0,11	0,11	0,22	0,11	0,11	0,00	0,11	0,00	0,00	0,00	0,11
	3	0,11	0,00	0,00	0,11	0,00	0,00	0,11	0,00	0,11	0,11	0,00	0,11	0,00

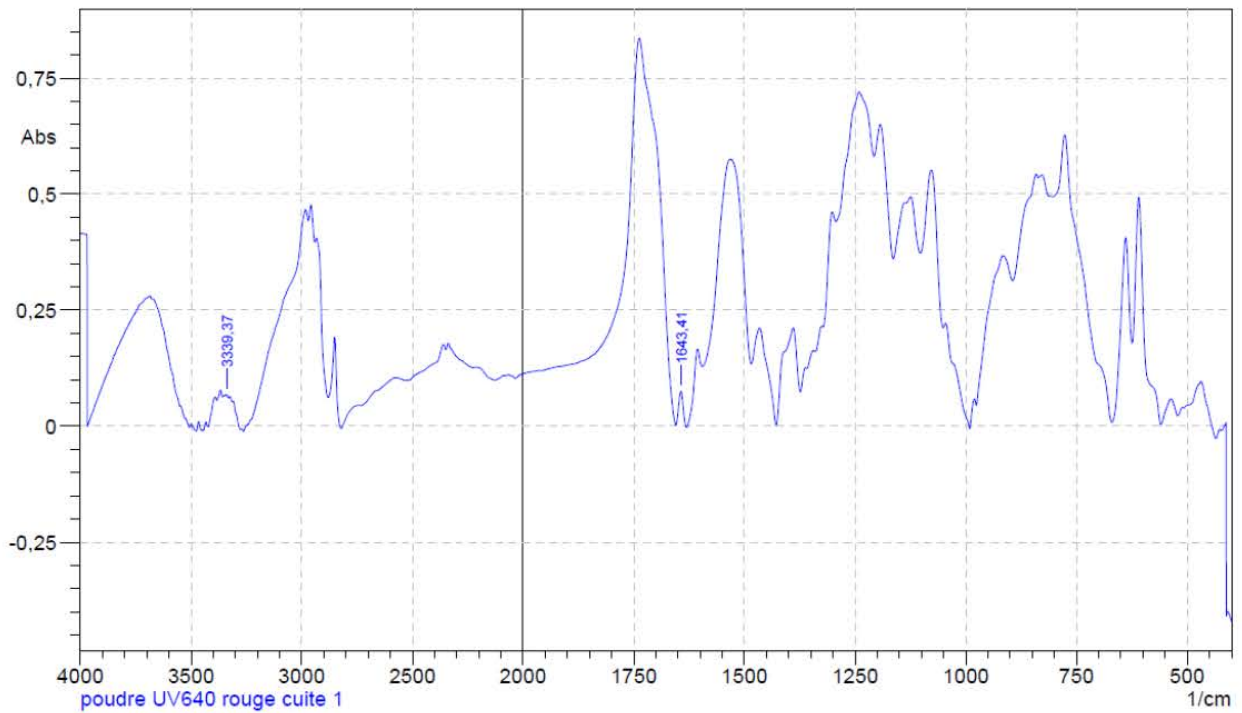
Annexe X.5. Influence des paramètres sur le taux de conversion en FTIR

⇒ Les spectres IR de la poudre UV640 rouge RAL3020 :

ANNEXES

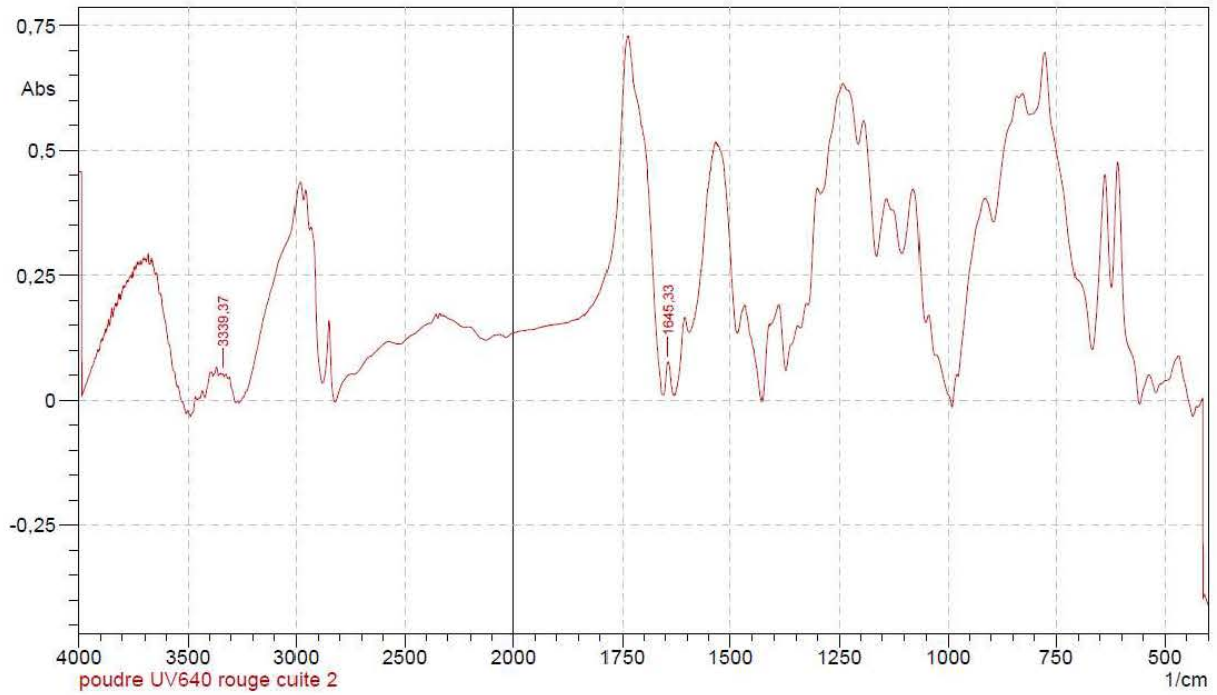


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0854	0,0904	1655,46	1627,01	1,1179	1,2647
2	3339,37	0,2174	0,0182	3344,68	3261,74	9,9364	1,1816

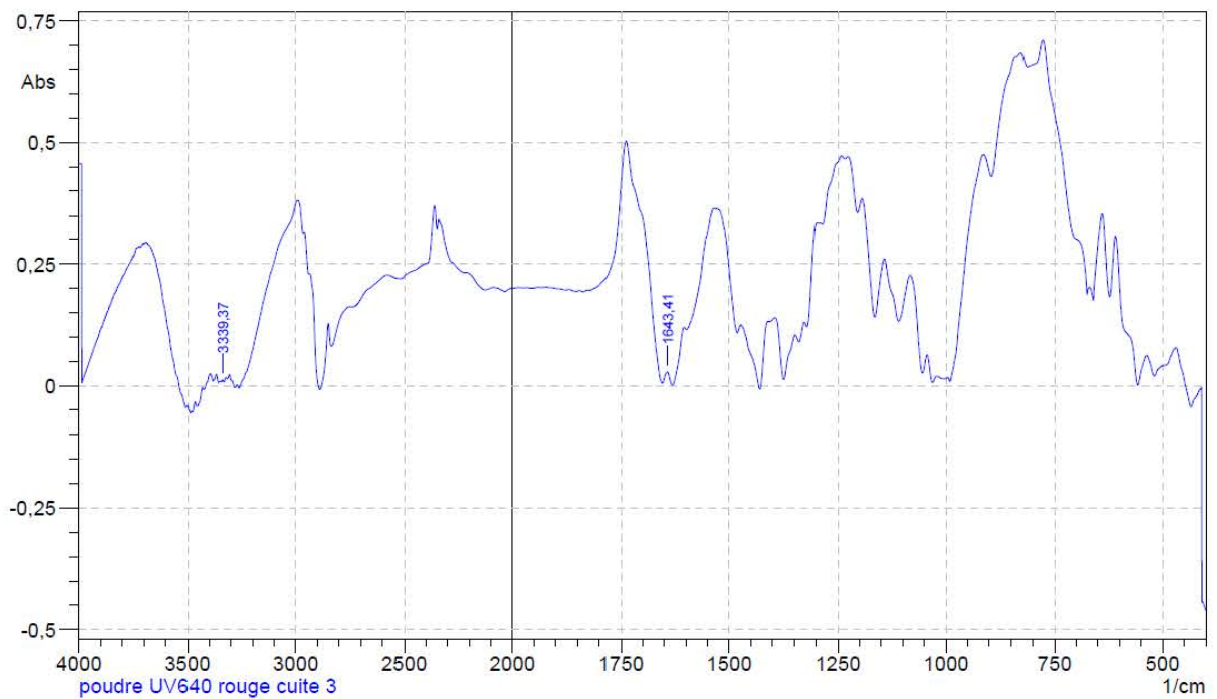


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0748	0,075	1654,98	1630,87	0,8568	0,863
2	3339,37	0,068	0,0042	3343,23	3330,69	0,8161	0,0273

ANNEXES

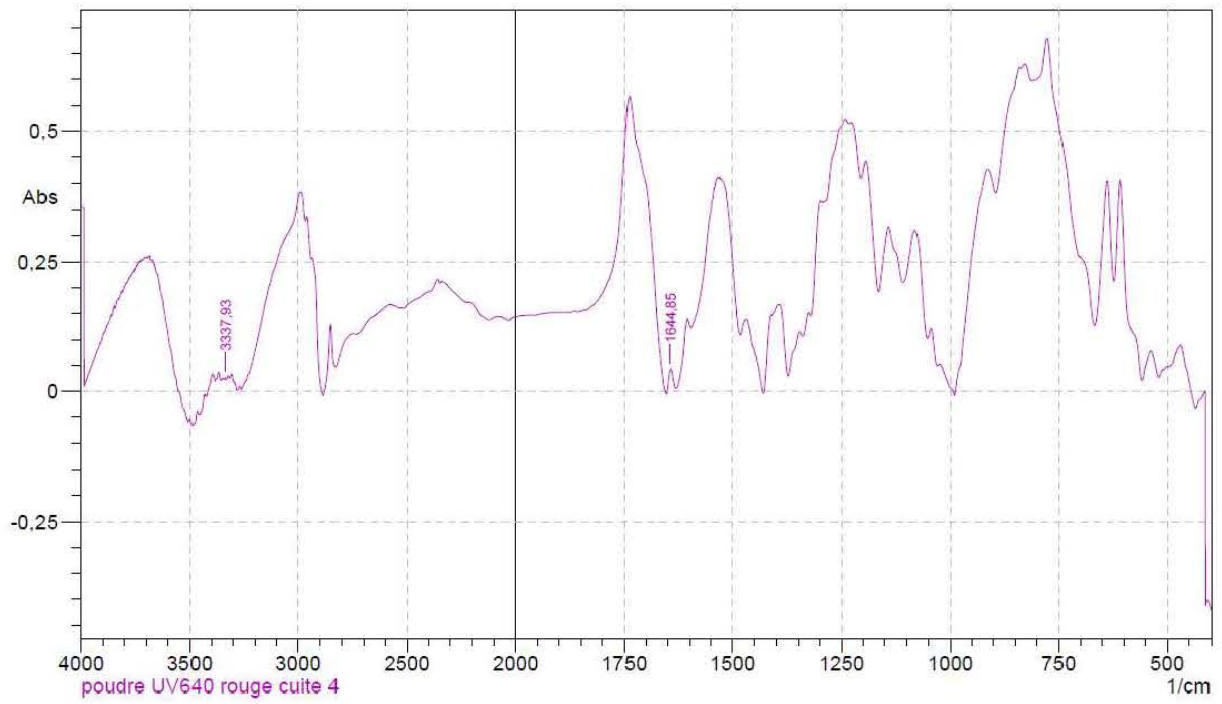


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1645,33	0,0751	0,0088	1653,53	1644,37	0,4223	0,0409
2	3339,37	0,0532	0,0035	3343,23	3330,69	0,6357	0,0212

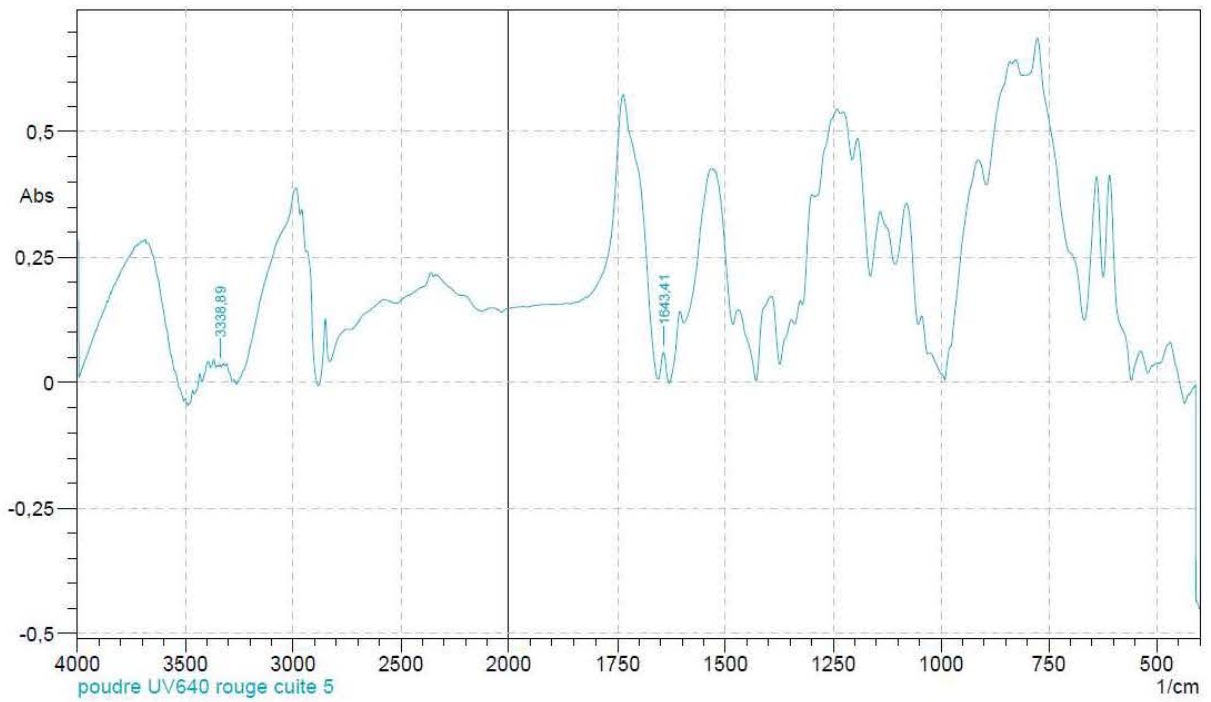


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0282	0,004	1644,37	1630,87	0,1959	0,0129
2	3339,37	0,0115	0,0036	3343,71	3332,14	0,1121	0,0214

ANNEXES

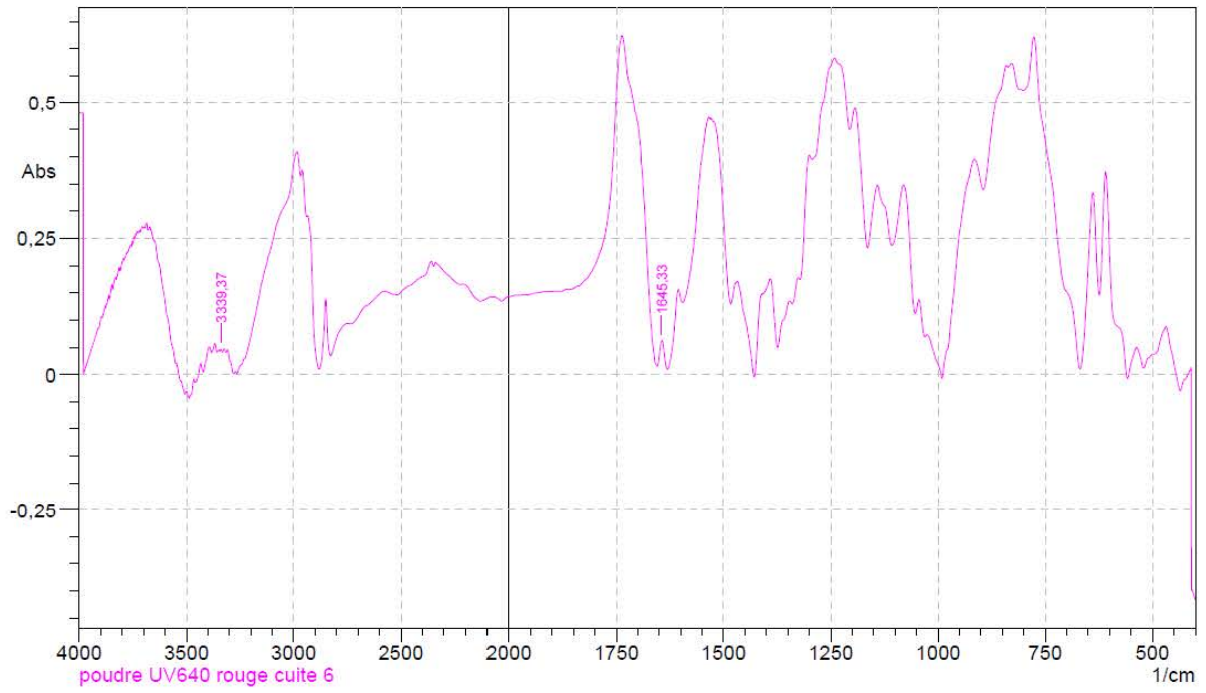


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1644,85	0,04	0,0025	1653,53	1644,37	0,1743	0,0163
2	3337,93	0,0261	0,0003	3338,41	3331,18	0,1728	-0,0013

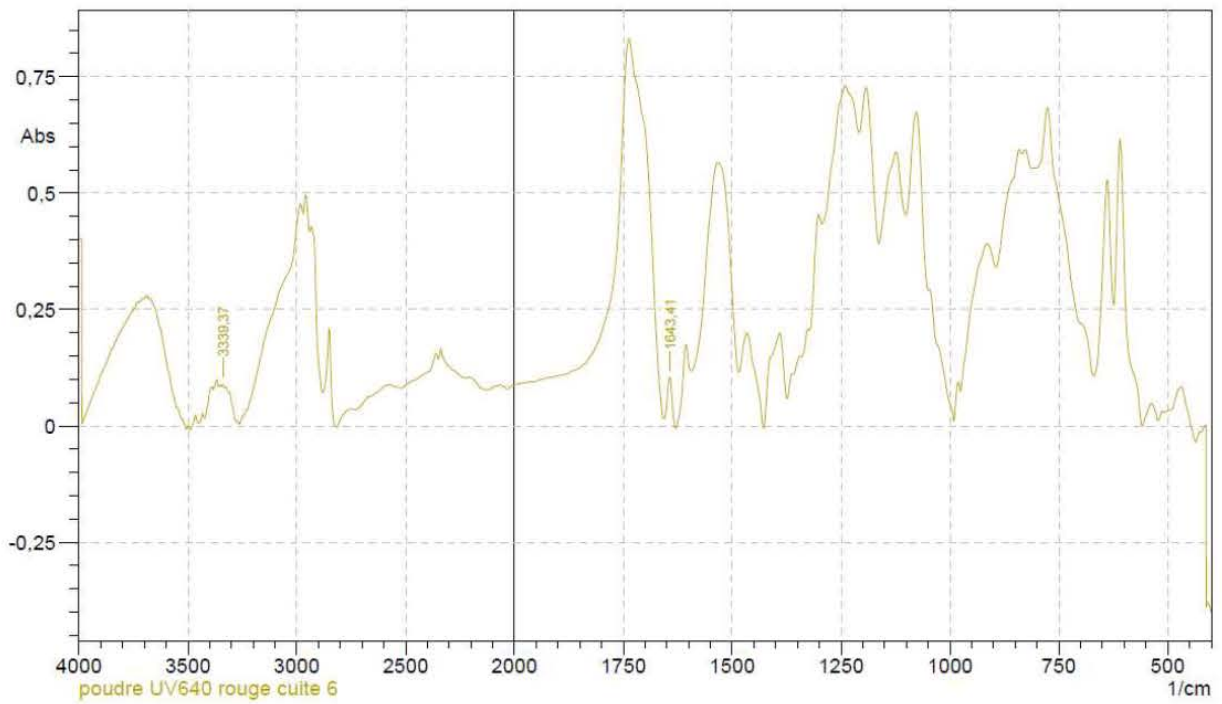


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0604	0,0572	1654,98	1630,39	0,7526	0,6779
2	3338,89	0,0356	0,0039	3343,71	3331,18	0,4207	0,0251

ANNEXES

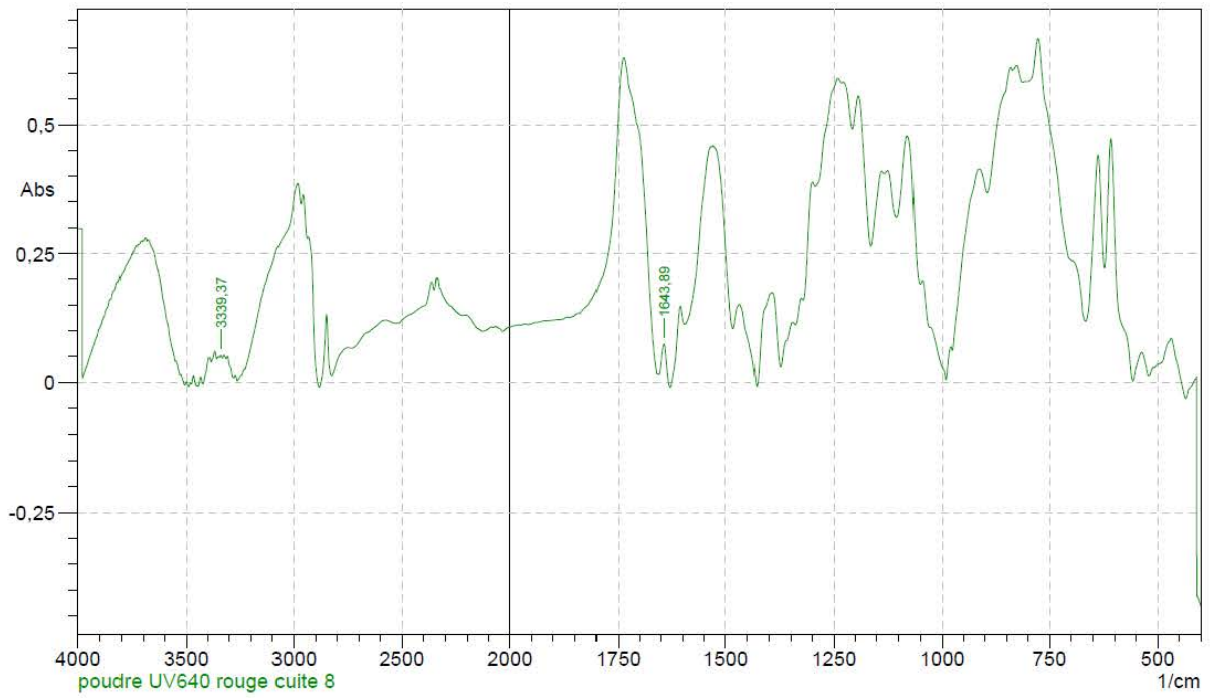


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1645,33	0,0603	0,0021	1654,98	1644,85	0,3658	-0,0167
2	3339,37	0,0462	0,004	3343,23	3331,18	0,5286	0,0237

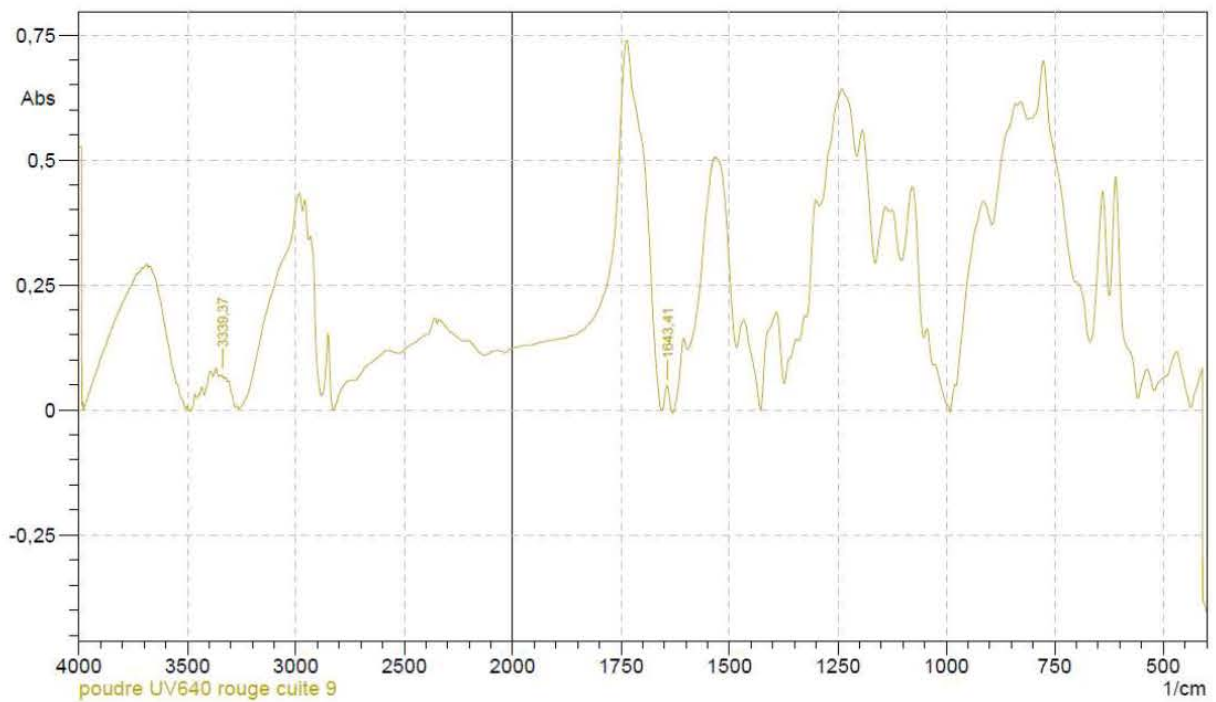


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,1047	0,0985	1655,46	1629,9	1,332	1,188
2	3339,37	0,089	0,0045	3343,23	3330,69	1,0783	0,029

ANNEXES

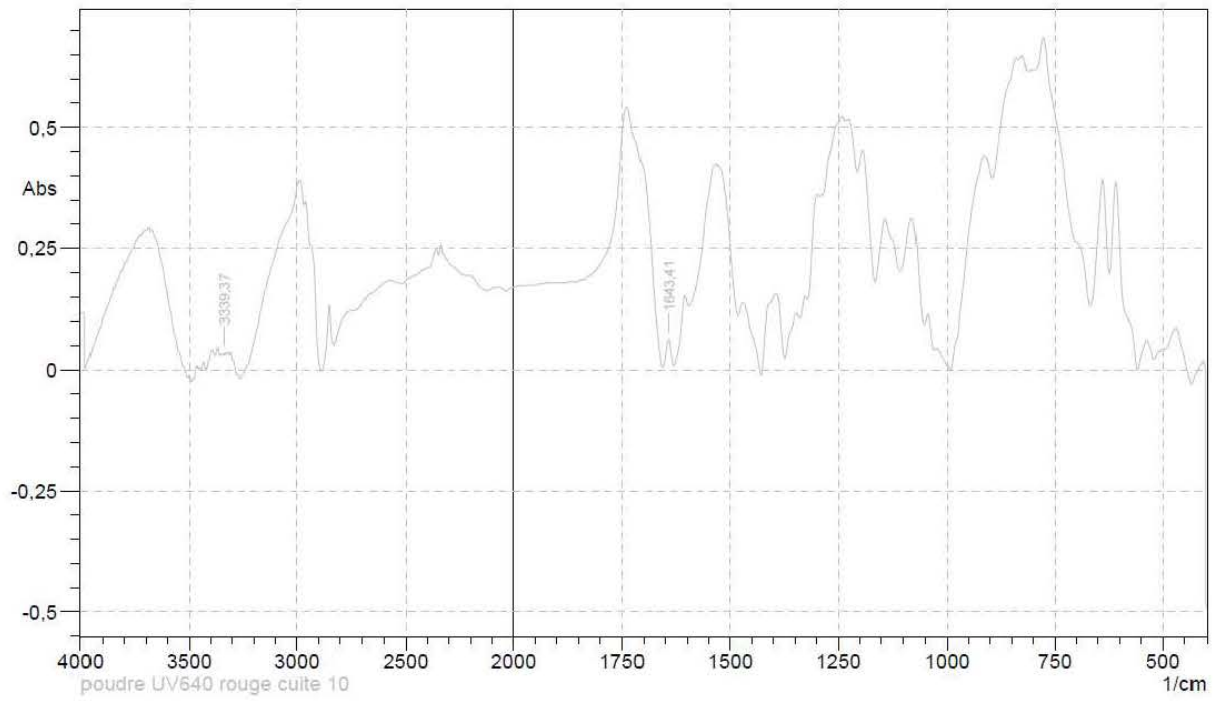


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,89	0,0748	0,0707	1655,46	1629,42	0,939	0,8667
2	3339,37	0,0531	0,0047	3343,71	3331,18	0,6331	0,0302

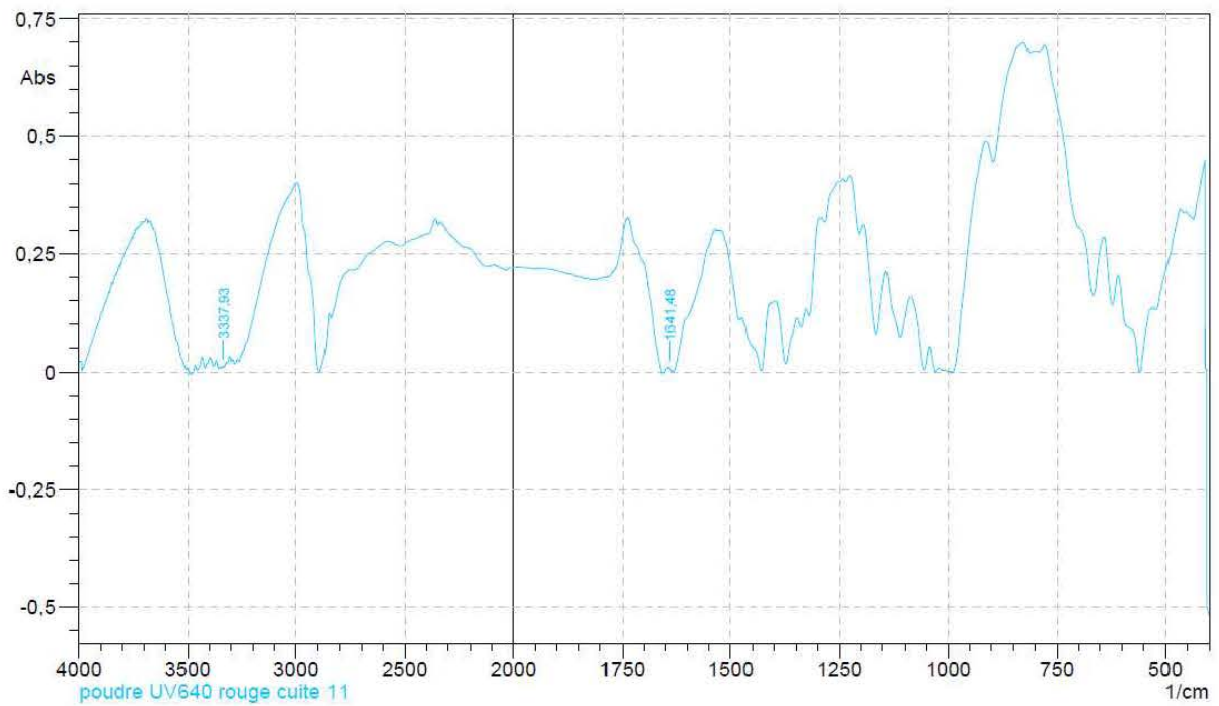


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0489	0,0525	1654,98	1630,87	0,5245	0,6154
2	3339,37	0,0699	0,0044	3343,23	3330,69	0,8401	0,0293

ANNEXES

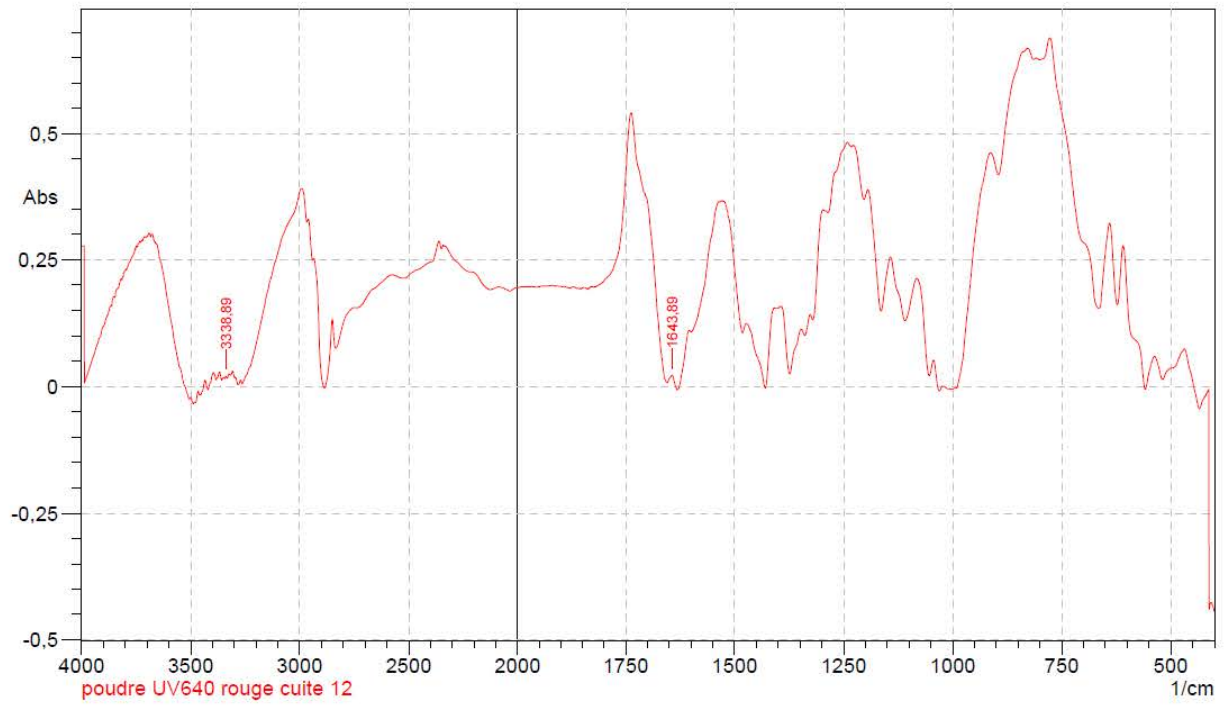


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,063	0,0551	1655,46	1630,87	0,8584	0,6633
2	3339,37	0,0354	0,0037	3343,71	3331,18	0,4181	0,0231

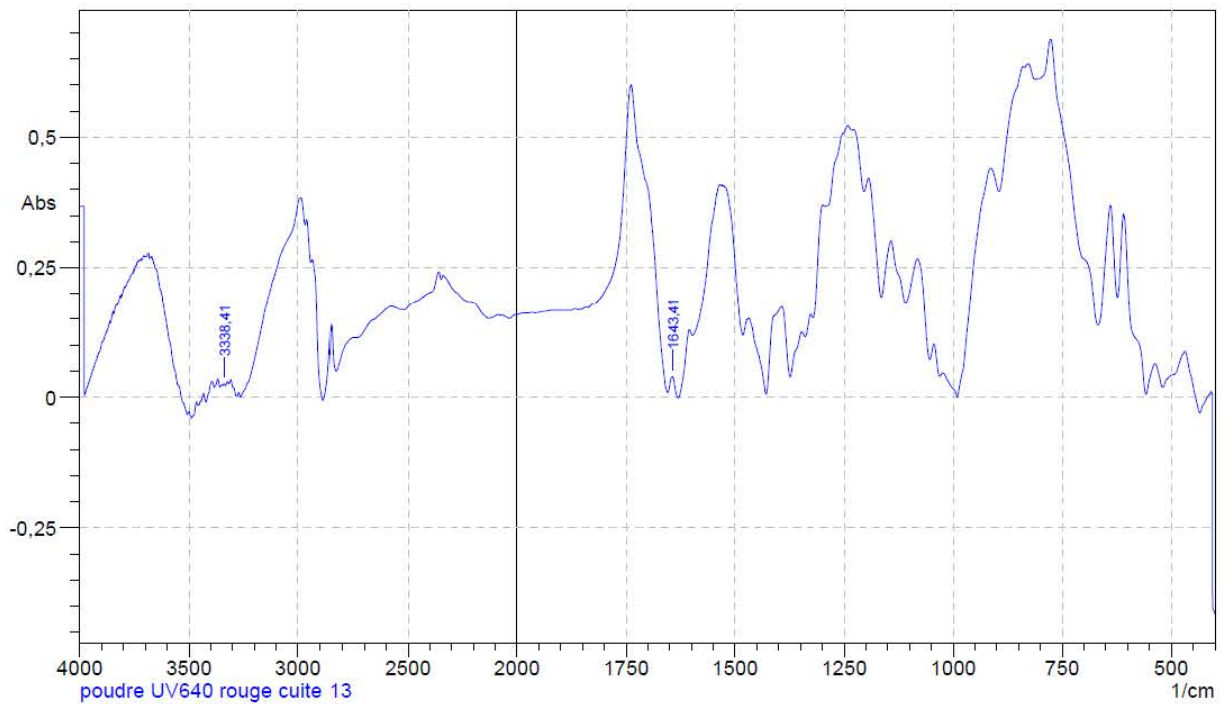


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1641,48	0,0091	0,0014	1642,44	1637,14	0,0358	0,0055
2	3337,93	0,0123	0,0037	3343,71	3332,14	0,1213	0,022

ANNEXES

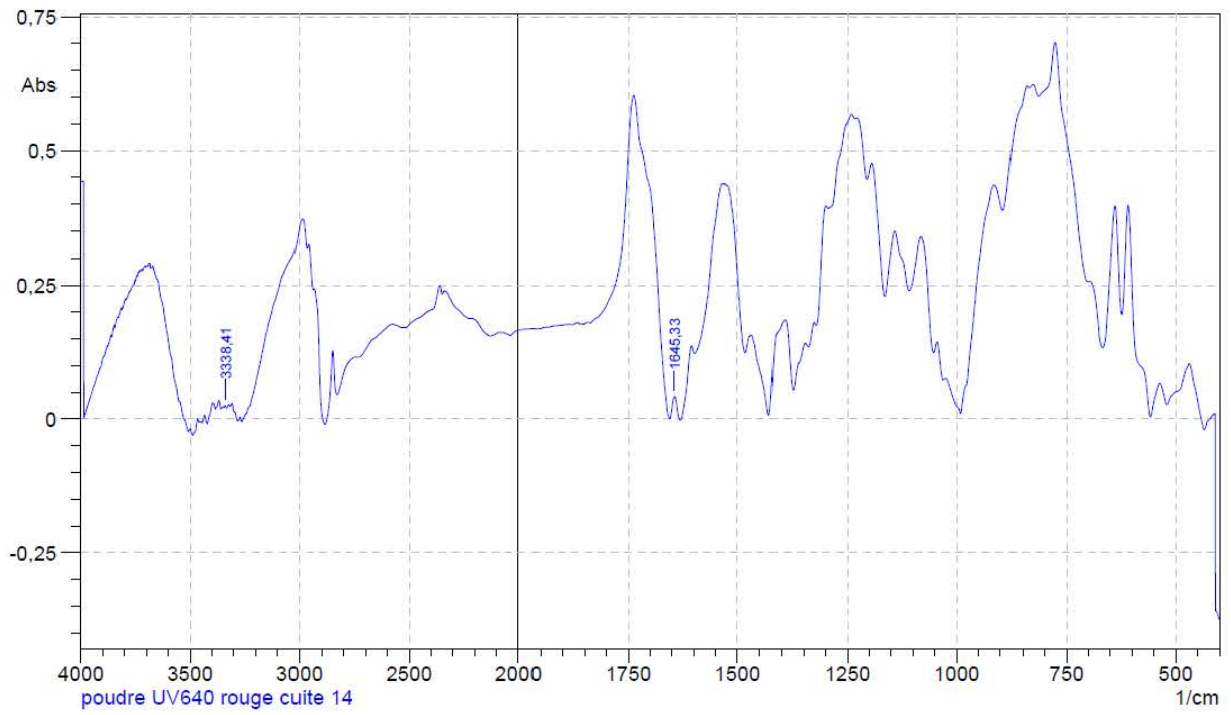


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,89	0,0225	0,0011	1654,98	1643,41	0,1784	0,0101
2	3338,89	0,0201	0,004	3344,2	3332,14	0,2184	0,0231

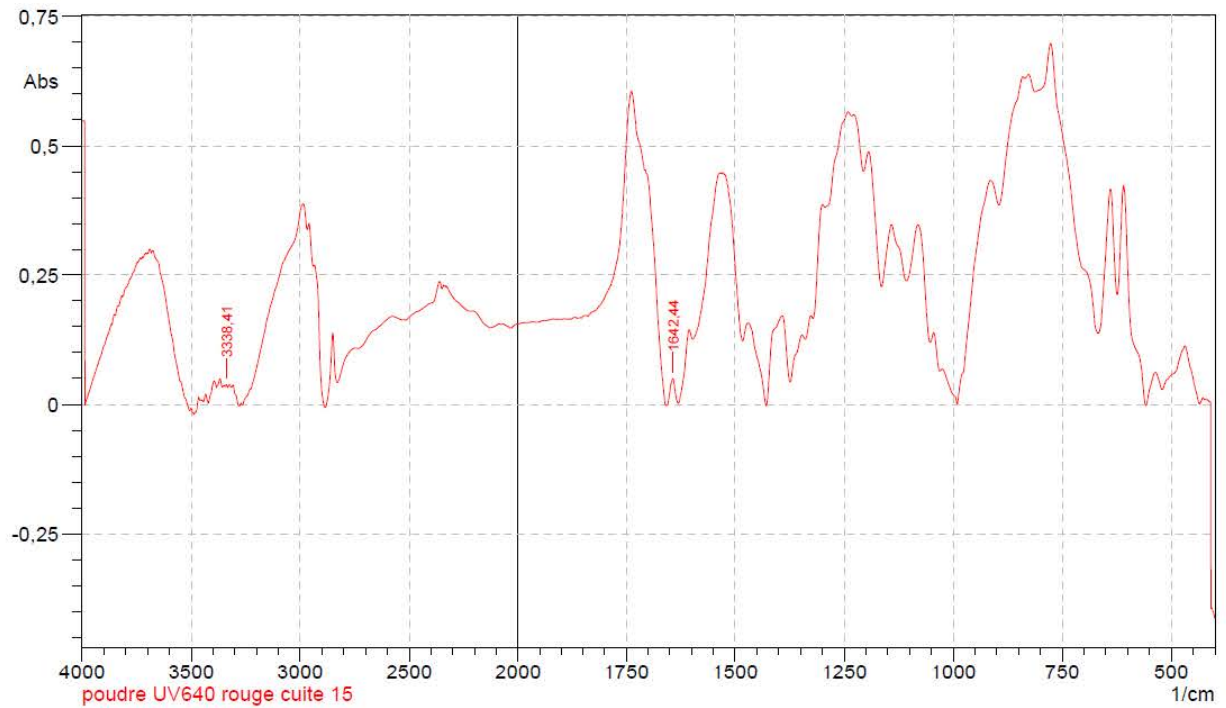


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,04	0,0052	1644,37	1630,87	0,2552	0,0123
2	3338,41	0,026	0,0039	3343,71	3331,18	0,3009	0,0235

ANNEXES

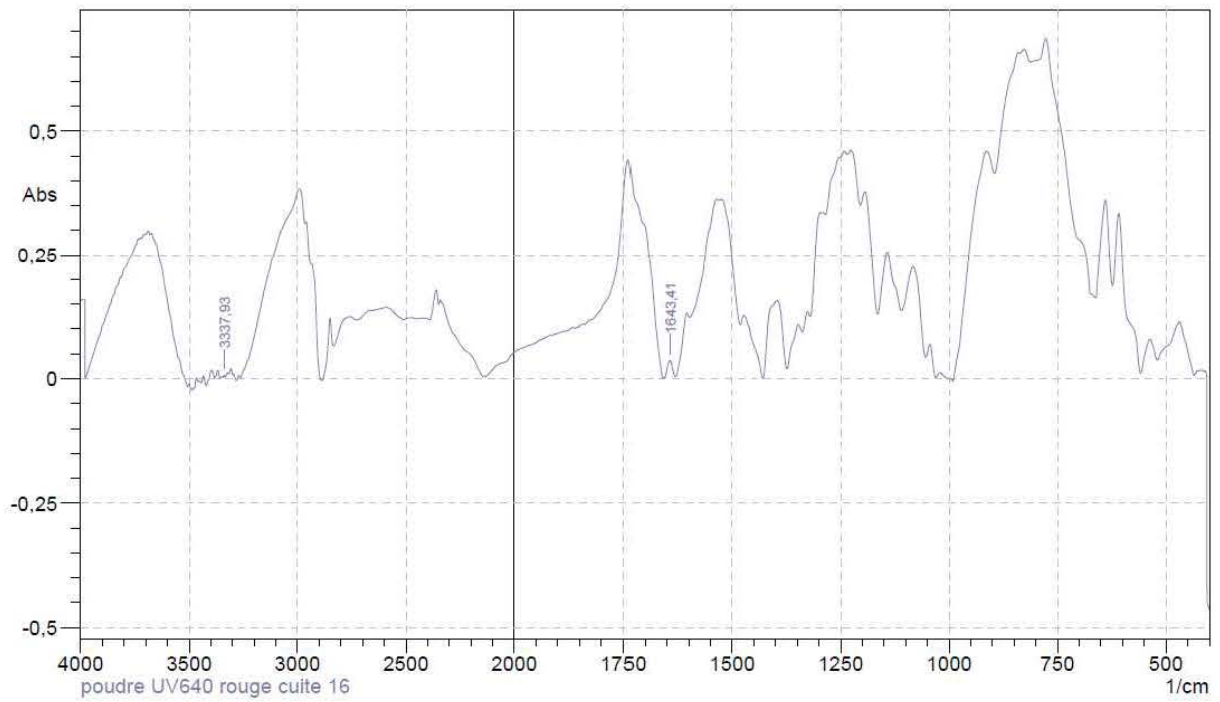


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1645,33	0,0401	0,0021	1654,98	1644,85	0,2078	0,005
2	3338,41	0,0249	0,0004	3338,89	3331,18	0,1732	-0,0003

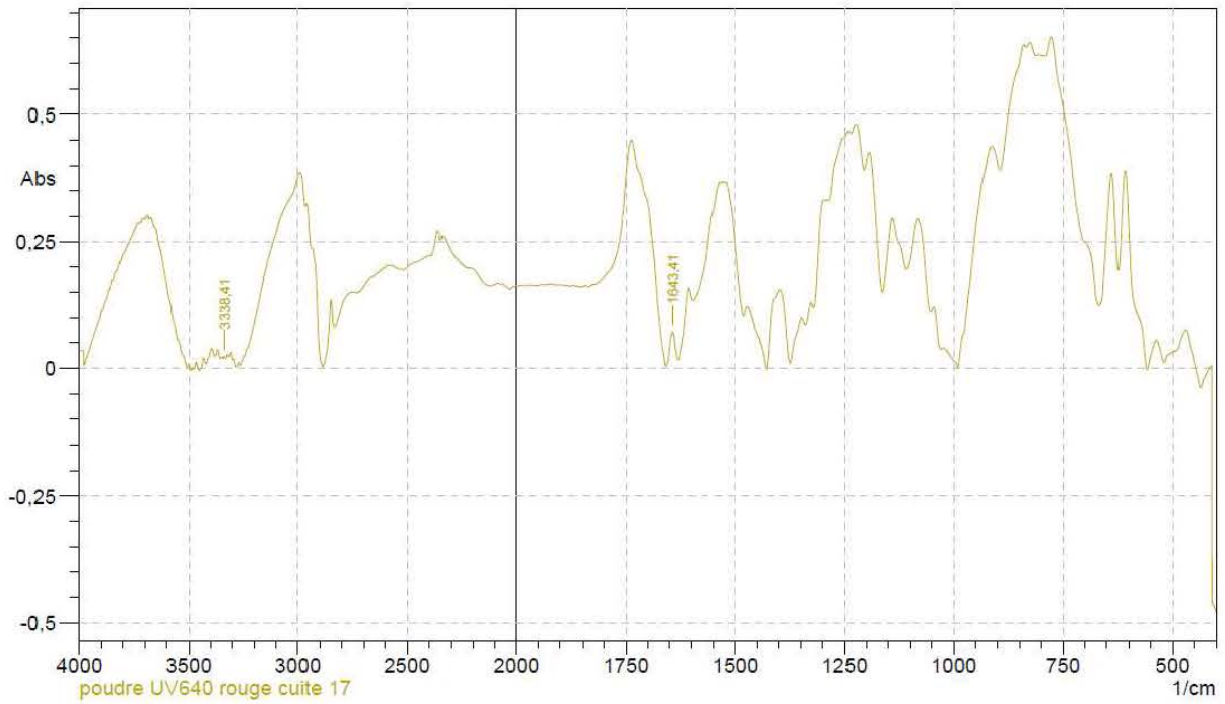


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1642,44	0,0494	0,049	1655,94	1630,87	0,6156	0,61
2	3338,41	0,0381	0,0003	3338,89	3331,18	0,2729	0

ANNEXES

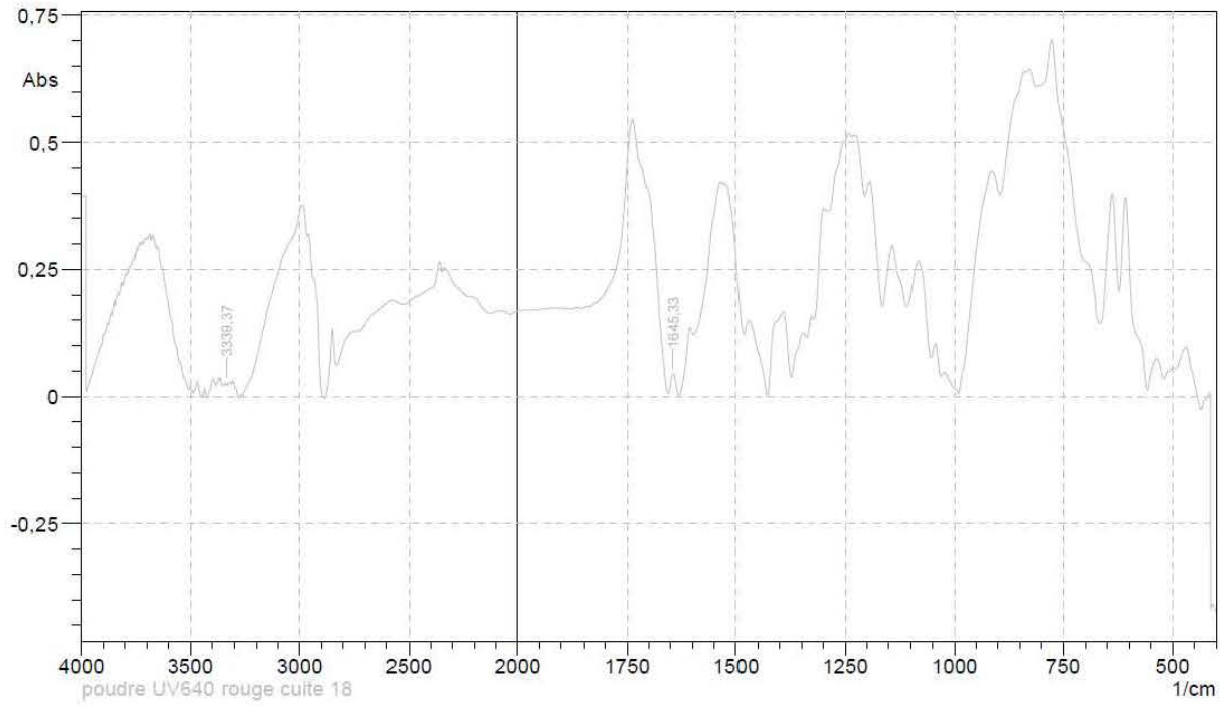


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0371	0,0335	1655,46	1630,87	0,5085	0,4211
2	3337,93	0,0067	0,004	3343,71	3332,14	0,056	0,0239

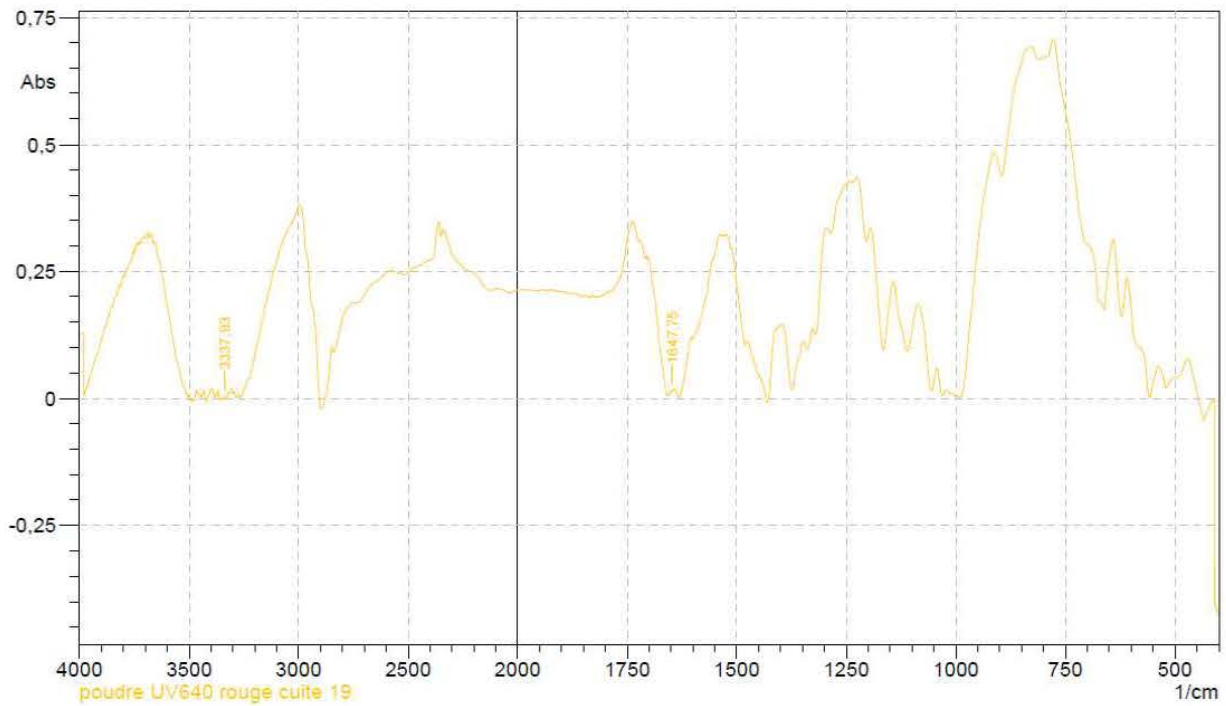


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0719	0,0617	1658,35	1630,39	1,0873	0,814
2	3338,41	0,0232	0,0038	3343,71	3331,18	0,2658	0,0228

ANNEXES

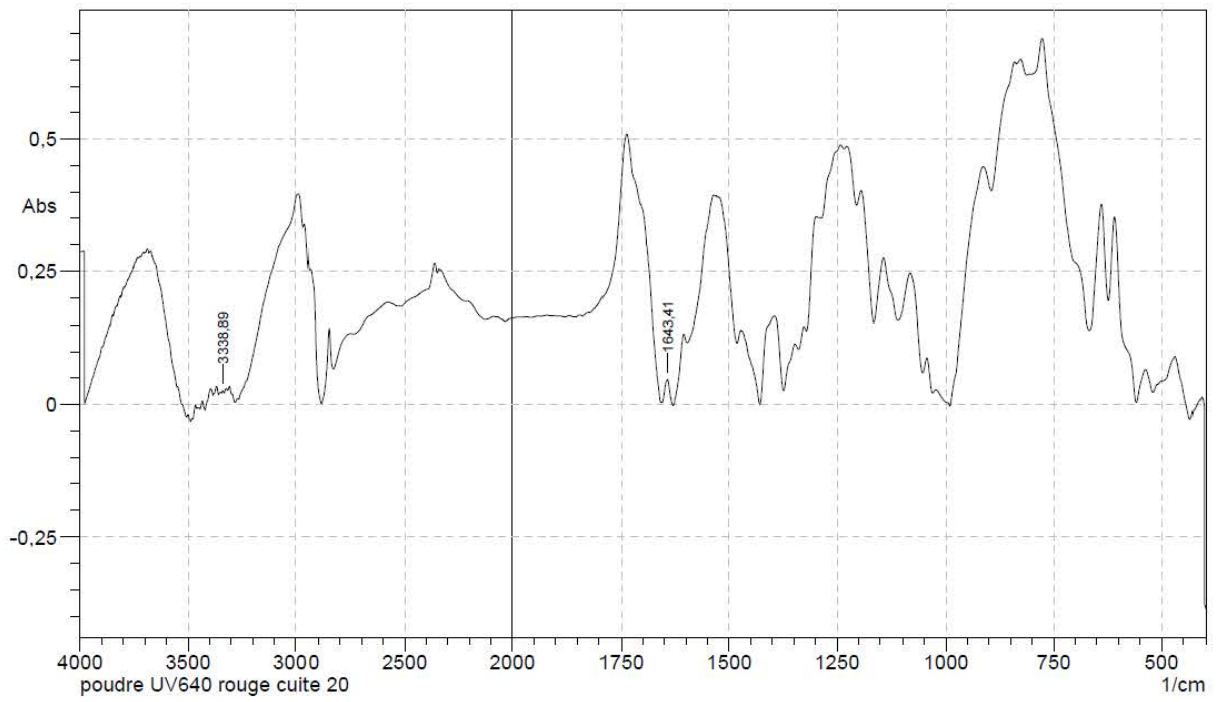


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1645,33	0,0422	0,0022	1654,98	1644,85	0,2545	0,014
2	3339,37	0,026	0,0038	3343,71	3332,14	0,2795	0,0227

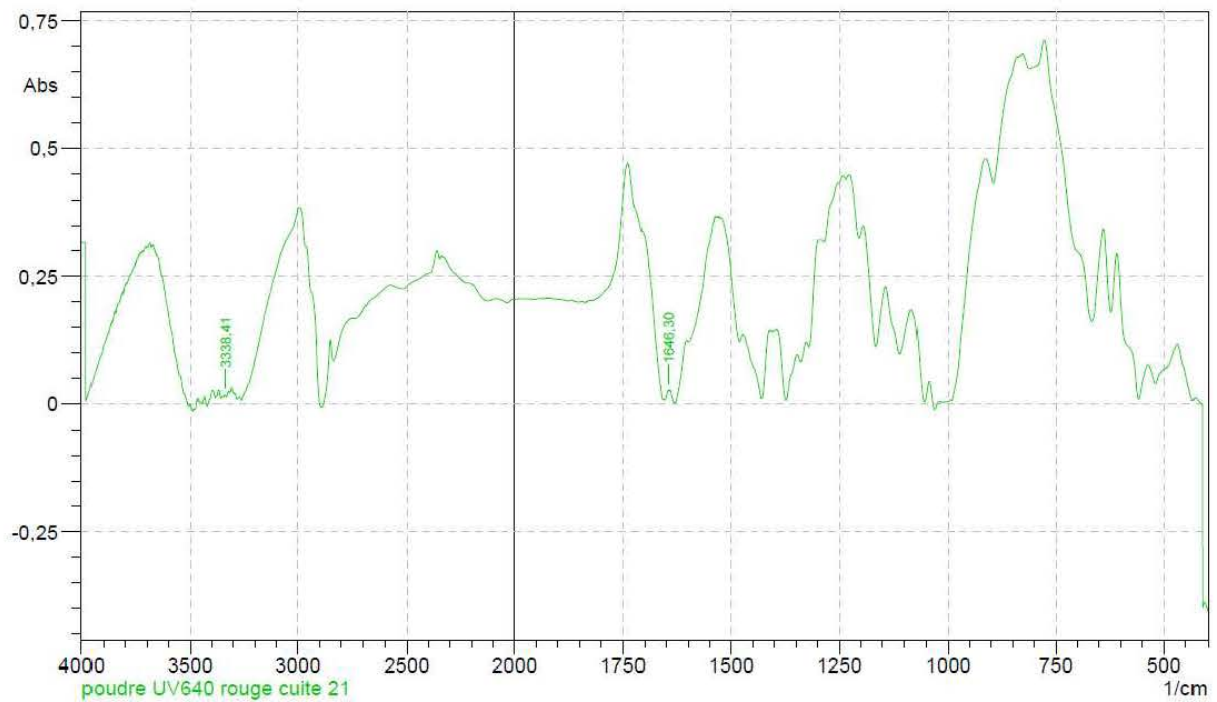


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1647,75	0,016	0,0024	1655,46	1646,3	0,1155	0,017
2	3337,93	0,0039	0,0041	3343,71	3332,14	0,0225	0,0254

ANNEXES

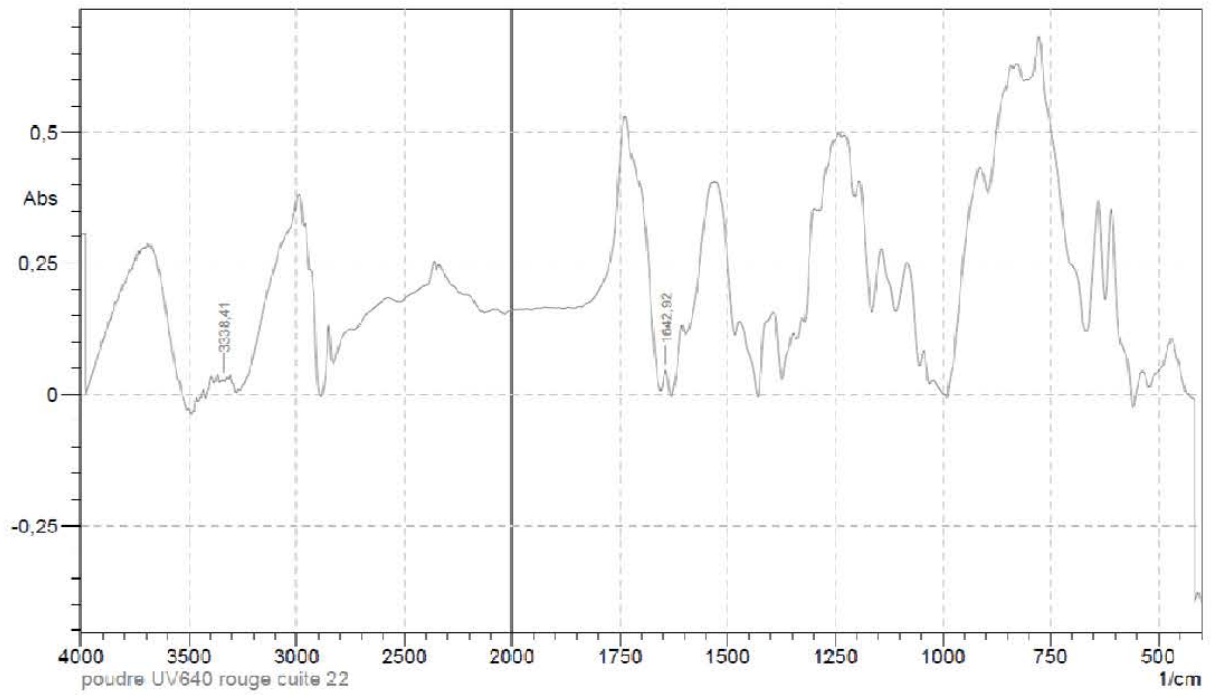


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0472	0,0461	1655,46	1630,39	0,6006	0,576
2	3338,89	0,0262	0,0004	3343,71	3338,41	0,1286	0,0014

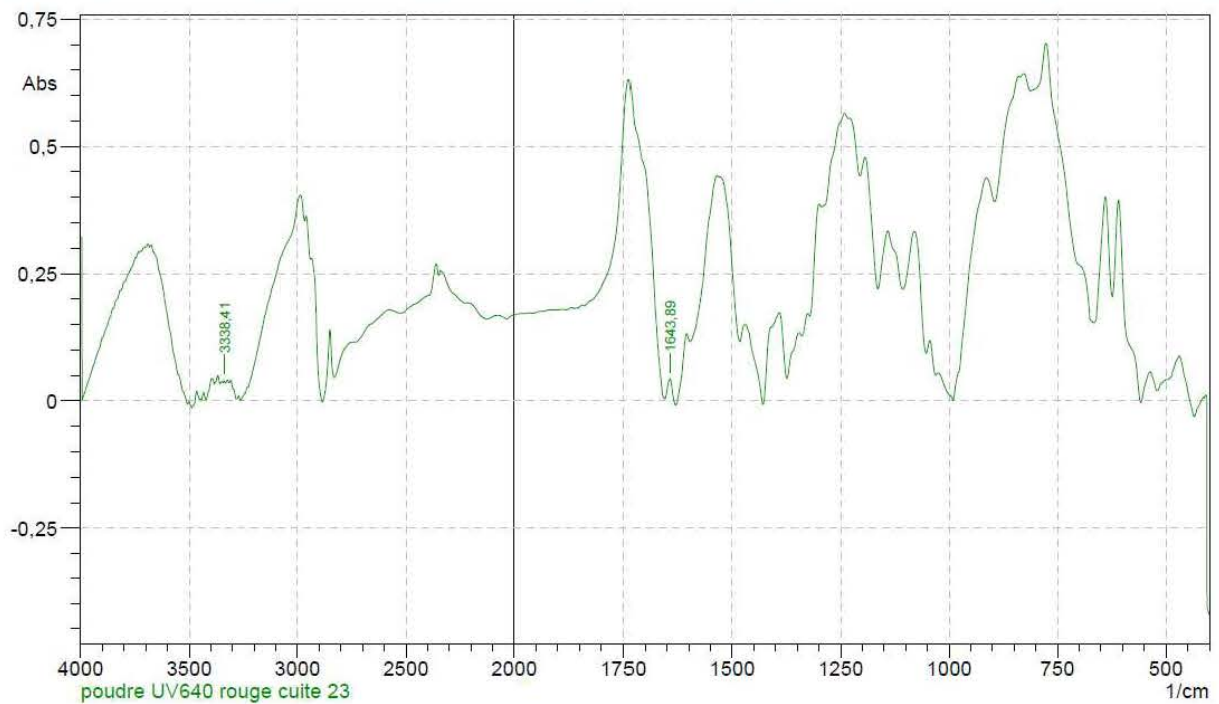


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1646,3	0,0256	0,0037	1654,01	1644,85	0,1637	0,0202
2	3338,41	0,0172	0,0039	3344,2	3332,14	0,1837	0,0235

ANNEXES

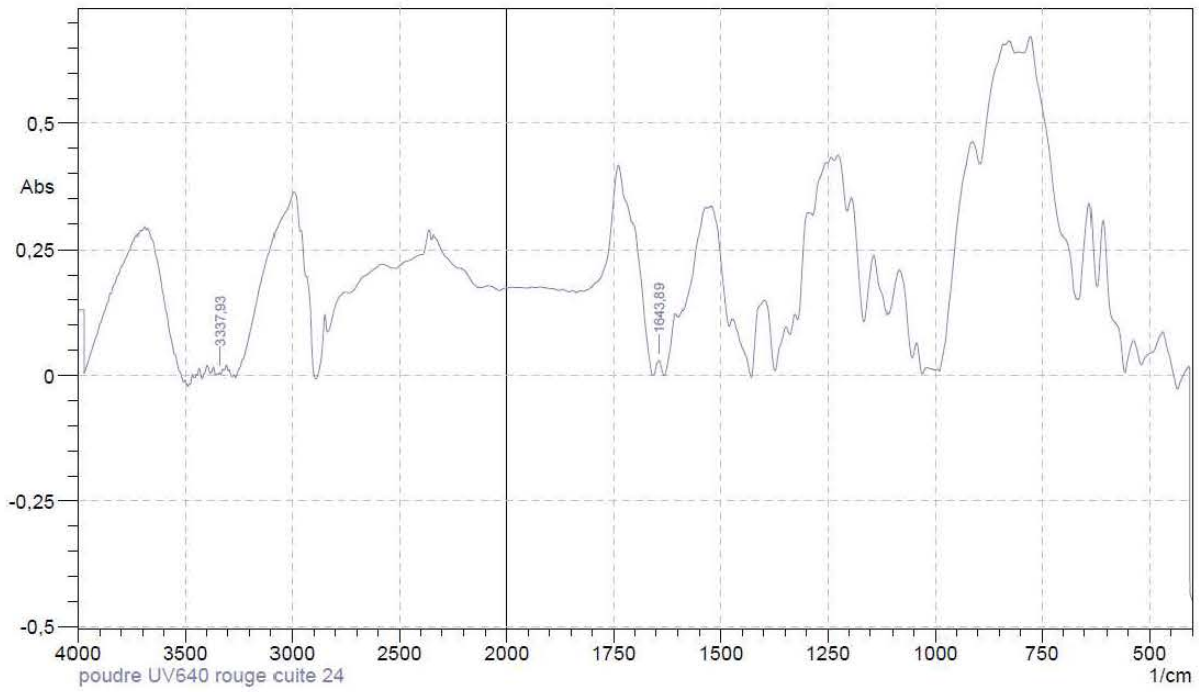


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1642.92	0,0461	0,045	1654,98	1630,39	0,5597	0,5367
2	3338,41	0,0296	0,0003	3338,89	3331,18	0,2103	0,0003

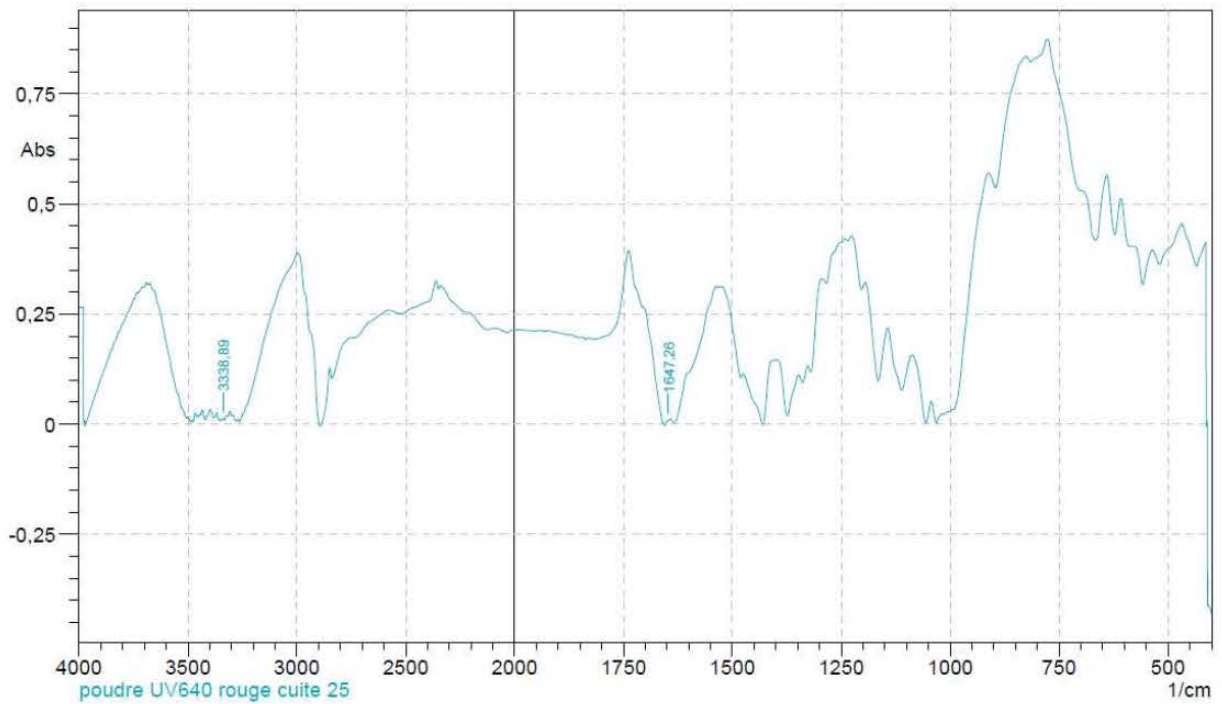


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643.89	0,0431	0,0443	1654,98	1630,39	0,4967	0,5415
2	3338,41	0,0397	0,0003	3338,89	3331,18	0,2879	-0,0003

ANNEXES

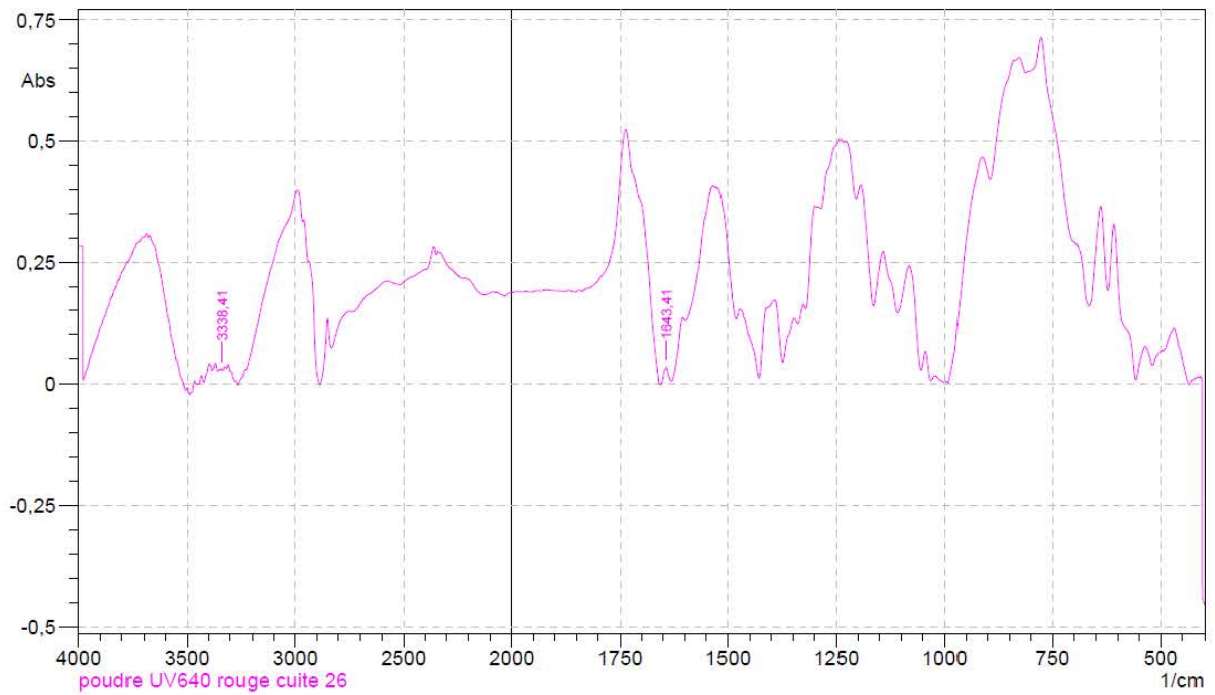


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,89	0,0302	0,03	1655,46	1630,87	0,3873	0,3815
2	3337,93	0,0059	0,0037	3343,71	3332,14	0,0479	0,0223

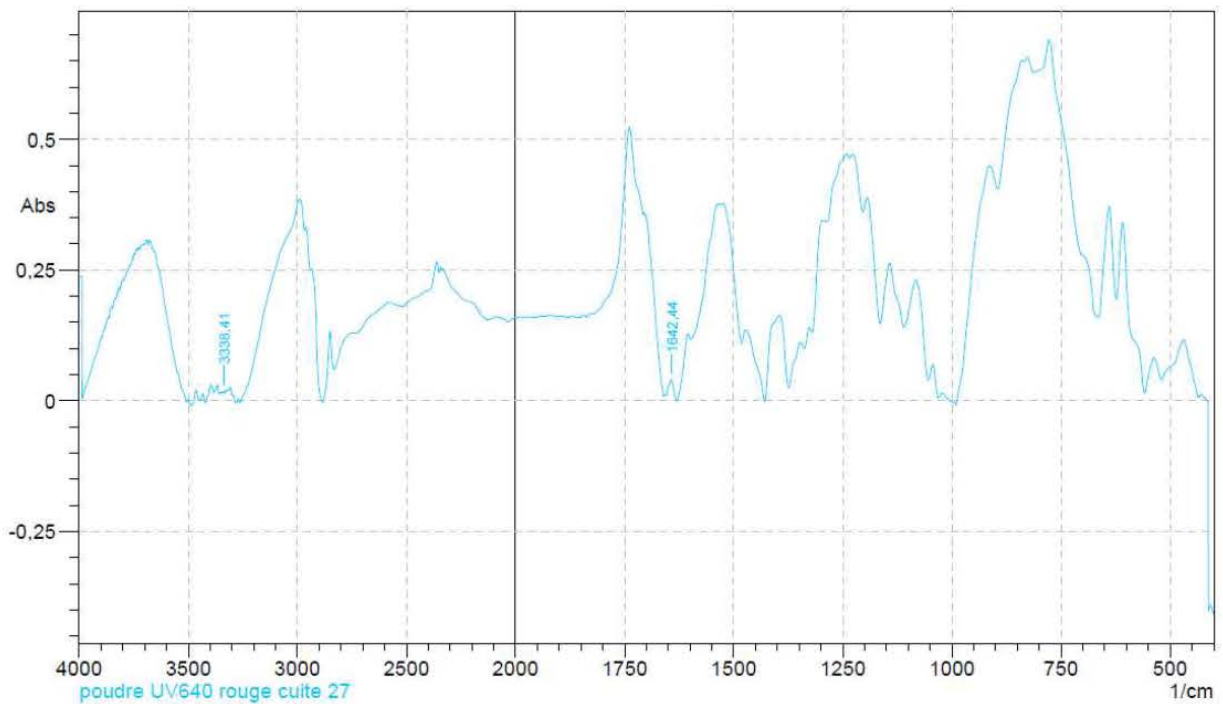


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1647,26	0,0088	0,0028	1655,46	1645,33	0,0432	0,0174
2	3338,89	0,0128	0,0039	3343,71	3332,14	0,1272	0,0233

ANNEXES



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0343	0,0318	1654,98	1630,87	0,4467	0,3836
2	3338,41	0,0323	0,0003	3338,89	3331,18	0,2325	-0,0005

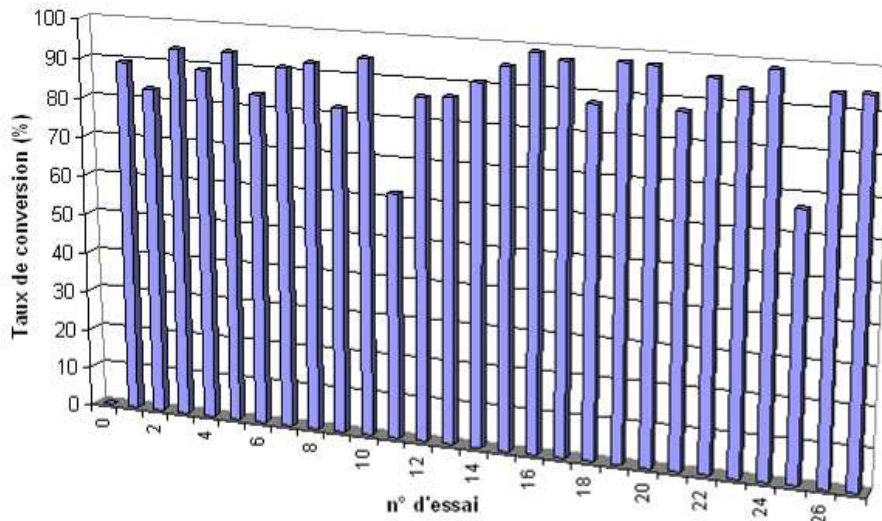


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1642,44	0,0401	0,0032	1643,41	1630,87	0,253	0,0045
2	3338,41	0,0185	0,0003	3338,89	3331,18	0,1262	0,0001

⇒ Les aires des pics caractéristiques des spectres IR de la poudre UV640 rouge RAL3020 et les taux de conversion calculés :

Essai de cuisson	Aire des pics		Taux de conversion (%)
	carac.: 3340 cm-1 (Uréthanes)	ref.: 1643 cm-1 (Acrylates)	
0	9,9364	1,1179	0,00
1	0,8161	0,8568	89,28
2	0,6357	0,4223	83,06
3	0,1121	0,1959	93,56
4	0,1728	0,1743	88,85
5	0,4207	0,7526	93,71
6	0,5286	0,3658	83,74
7	1,0783	1,332	90,89
8	0,6331	0,939	92,41
9	0,8401	0,5245	81,98
10	0,4181	0,8584	94,52
11	0,1213	0,0358	61,88
12	0,2184	0,1784	86,23
13	0,3009	0,2552	86,73
14	0,1732	0,2078	90,62
15	0,2729	0,6156	95,01
16	0,056	0,5085	98,76
17	0,2658	1,0873	97,25
18	0,2795	0,2545	87,64
19	0,0225	0,1155	97,81
20	0,1286	0,6006	97,59
21	0,1837	0,1637	87,37
22	0,2103	0,5597	95,77
23	0,2879	0,4967	93,48
24	0,0479	0,3873	98,61
25	0,1272	0,0432	66,87
26	0,2325	0,4467	94,14
27	0,1262	0,253	94,39

Evolution des taux de conversion en fonction des programmes de cuisson IR +UV



⇒ Tableaux des effets des facteurs de la cuisson sur le taux de conversion :

Effets des facteurs pour le taux de conversion FTIR:

	niveaux	A	B	AB	AB	C	AC	AC	BC	D	E	BC	F	G
Moyenne	1	88,61	87,92	93,05	88,64	89,94	91,46	88,79	93,64	92,09	83,27	91,49	88,70	88,66
	2	88,74	91,84	84,93	92,53	89,35	92,18	88,73	86,43	87,60	91,12	86,27	89,75	90,40
	3	91,78	89,37	91,16	88,42	89,84	85,50	91,61	91,37	89,44	94,74	91,37	90,68	90,08

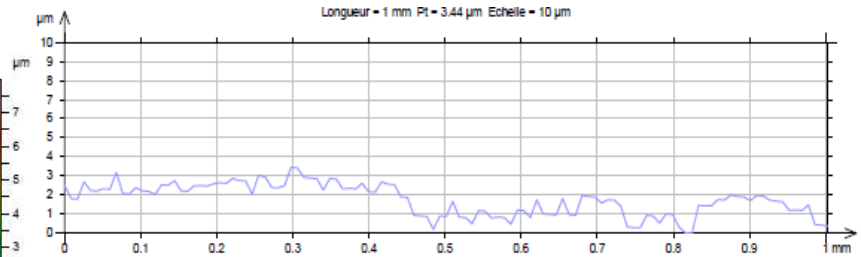
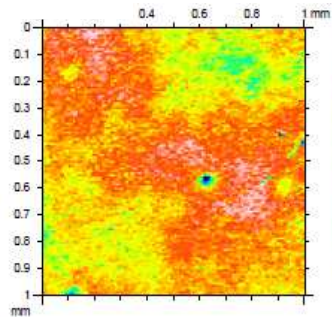
Annexe X.6. Influence des paramètres sur la rugosité de la surface

⇒ La cartographie :

Essais	Distance des plaques (mm)	Puissance des plaques (W/cm)	Ventilation de refoulement (%)	Vitesse d'aménagement IR (m/min)	Temps passé dans le four IR (s)	Nombre de lampes UV	Vitesse d'aménagement UV (m/min)
12	120	1,51	90	0,7	240	2	4
20	80	1,51	80	0,7	300	2	5

ANNEXES

n°12

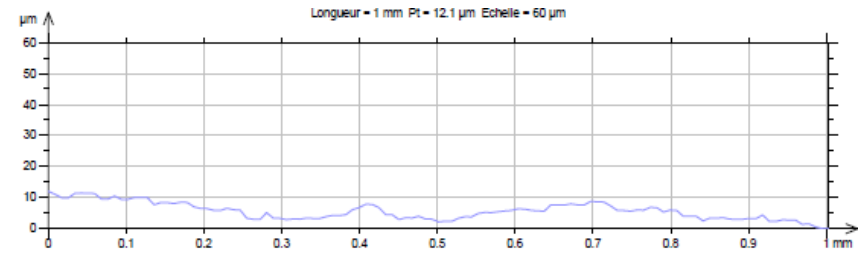
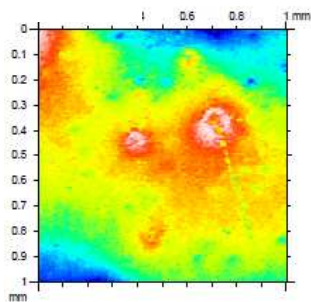


Longueur = 1 mm Pt = 3.44 µm Echelle = 10 µm

Paramètres d'amplitude Paramètres de rugosité, Filtre gaussien, 0.08 mm

Sa	= 0.696 µm	Ra	= 0.125 µm
St	= 7.99 µm	Rt	= 0.889 µm
Sp	= 2.61 µm	Rp	= 0.286 µm
Sv	= 5.38 µm	Rv	= 0.29 µm
Sz	= 5.65 µm	Rz	= 0.576 µm
Ssk	= -0.436	Rsk	= -0.209
		RSn	= 0.0413 mm
		Rc	= 0.396 µm

n°20



Longueur = 1 mm Pt = 12.1 µm Echelle = 60 µm

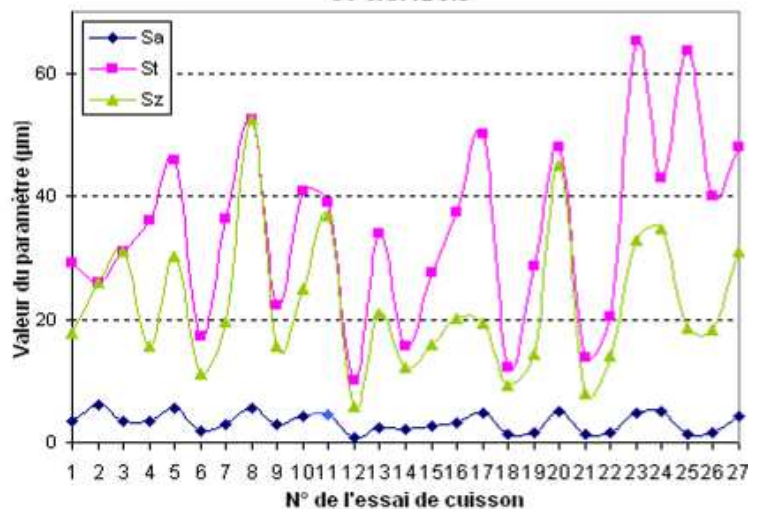
Paramètres d'amplitude Paramètres de rugosité, Filtre gaussien, 0.08 mm

Sa	= 3.62 µm	Ra	= 0.249 µm
St	= 29.6 µm	Rt	= 1.75 µm
Sp	= 13.8 µm	Rp	= 0.526 µm
Sv	= 15.8 µm	Rv	= 0.585 µm
Sz	= 18.6 µm	Rz	= 1.11 µm
Ssk	= -0.37	Rsk	= 0.0404
		RSn	= 0.0468 mm
		Rc	= 0.867 µm

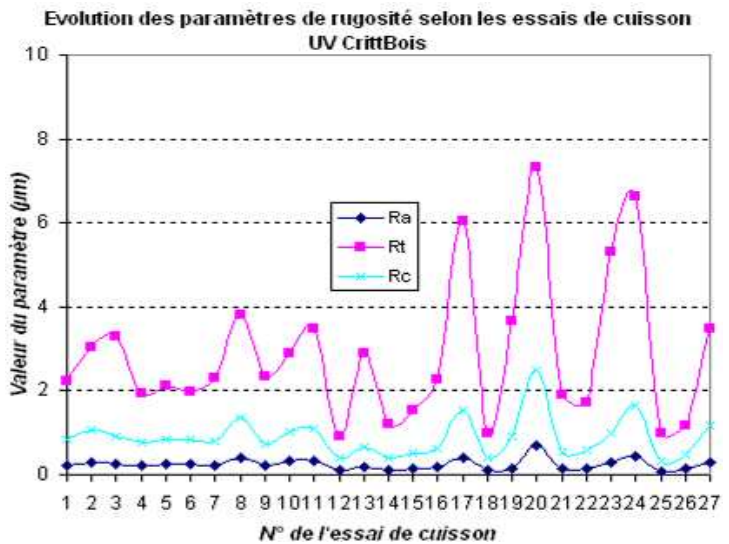
⇒ Résumé des paramètres d'amplitude et de rugosité :

Essai de cuisson	Paramètres d'amplitude		
	Sa	St	Sz
1	3,37	29,10	17,65
2	6,17	26,05	26,05
3	3,54	30,90	30,90
4	3,41	36,15	15,67
5	5,54	45,85	30,25
6	1,89	17,30	11,25
7	2,99	36,45	19,50
8	5,55	52,60	52,60
9	2,80	22,40	15,65
10	4,28	40,85	24,95
11	4,46	39,00	36,80
12	0,91	10,10	5,90
13	2,34	34,00	20,99
14	2,09	15,75	12,17
15	2,71	27,50	15,95
16	3,25	37,35	20,05
17	4,78	50,10	19,25
18	1,41	12,10	9,26
19	1,52	28,75	14,34
20	5,14	48,05	44,95
21	1,30	13,70	8,02
22	1,52	20,50	14,09
23	4,67	65,25	32,95
24	4,94	43,00	34,85
25	1,27	63,60	18,50
26	1,56	40,15	18,40
27	4,37	47,95	30,95

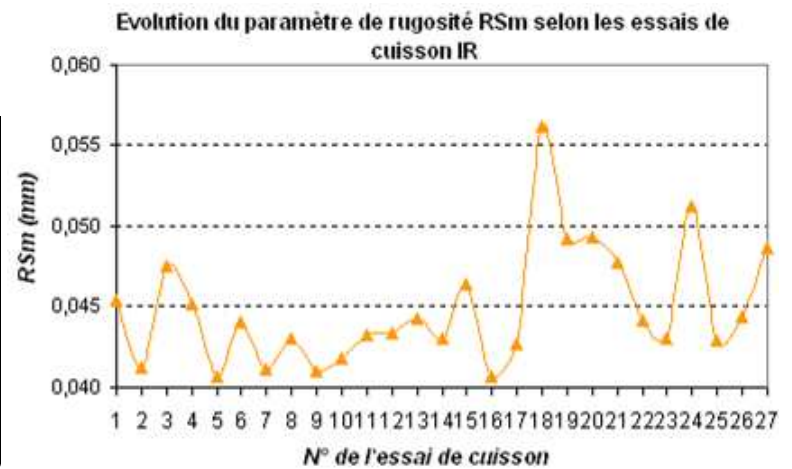
Evolution des paramètres d'amplitude selon les essais de cuisson
UV CRITTOIS



Essai de cuisson	Paramètres de rugosité			
	Ra	Rt	Rsm	Rc
1	0,223	2,245	0,045	0,828
2	0,296	3,050	0,041	1,056
3	0,255	3,283	0,048	0,923
4	0,212	1,933	0,045	0,784
5	0,250	2,123	0,041	0,826
6	0,244	1,992	0,044	0,853
7	0,228	2,308	0,041	0,793
8	0,418	3,820	0,043	1,362
9	0,210	2,348	0,041	0,729
10	0,316	2,902	0,042	1,030
11	0,328	3,493	0,043	1,108
12	0,118	0,920	0,043	0,401
13	0,186	2,888	0,044	0,646
14	0,118	1,204	0,043	0,409
15	0,151	1,545	0,046	0,512



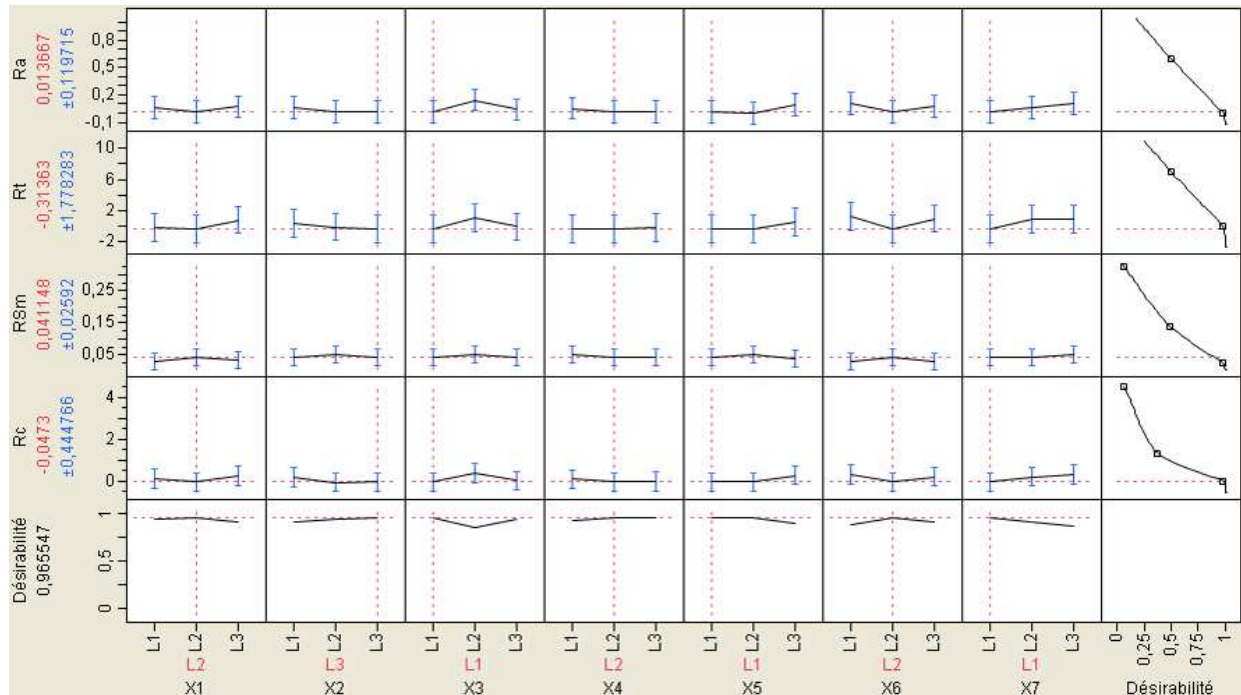
16	0,195	2,278	0,041	0,628
17	0,407	6,049	0,043	1,535
18	0,115	0,983	0,056	0,391
19	0,150	3,648	0,049	0,926
20	0,692	7,335	0,049	2,506
21	0,148	1,916	0,048	0,556
22	0,164	1,715	0,044	0,591
23	0,302	5,293	0,043	0,998
24	0,457	6,620	0,051	1,652
25	0,090	1,000	0,043	0,318
26	0,132	1,164	0,044	0,485
27	0,304	3,490	0,049	1,154



⇒ Criblage sur les paramètres de rugosité :

Essai de cuisson	Ra 1	Ra 2	Ra 3	Rt 1	Rt 2	Rt 3	RSm 1	RSm 2	RSm 3	Rc 1	Rc 2	Rc 3
1	0,220	0,244	0,206	1,945	2,775	2,015	0,045	0,043	0,049	0,791	0,939	0,754
2	0,326	0,284	0,277	3,095	3,565	2,490	0,042	0,043	0,039	1,100	1,176	0,891
3	0,332	0,210	0,224	6,145	2,070	1,635	0,056	0,040	0,047	1,183	0,732	0,854
4	0,216	0,213	0,206	2,015	1,965	1,820	0,043	0,047	0,041	0,785	0,808	0,714
5	0,242	0,242	0,266	1,875	2,330	2,165	0,043	0,041	0,039	0,776	0,812	0,889
6	0,224	0,236	0,273	2,040	1,665	2,270	0,040	0,046	0,046	0,765	0,842	0,953
7	0,276	0,196	0,214	2,840	1,995	2,090	0,047	0,040	0,037	1,016	0,676	0,687
8	0,300	0,365	0,588	2,760	3,535	5,165	0,038	0,044	0,047	0,977	1,160	1,950
9	0,191	0,265	0,174	1,885	2,405	2,755	0,040	0,043	0,040	0,593	0,956	0,640
10	0,373	0,322	0,253	3,725	3,015	1,965	0,046	0,046	0,033	1,240	1,036	0,816
11	0,342	0,443	0,200	2,910	5,435	2,135	0,038	0,046	0,047	1,130	1,495	0,699
12	0,115	0,120	0,121	0,922	1,010	0,830	0,044	0,044	0,042	0,388	0,404	0,410
13	0,238	0,205	0,116	4,045	3,540	1,080	0,038	0,052	0,042	0,783	0,760	0,394
14	0,106	0,138	0,110	0,803	1,810	0,998	0,044	0,041	0,310	0,374	0,493	0,377
15	0,133	0,135	0,185	1,369	1,420	1,845	0,049	0,045	0,045	0,488	0,444	0,605
16	0,121	0,225	0,239	1,059	2,825	2,950	0,040	0,045	0,038	0,393	0,835	0,657
17	0,604	0,444	0,173	8,775	7,815	1,558	0,049	0,041	0,038	2,410	1,627	0,569
18	0,102	0,137	0,107	0,734	1,220	0,995	0,078	0,046	0,044	0,341	0,463	0,371
19	0,125	0,235	0,111	1,344	6,355	3,478	0,044	0,054	0,057	0,439	1,648	0,798
20	1,166	0,623	0,288	12,850	6,075	3,080	0,053	0,049	0,047	4,270	2,294	0,955
21	0,150	0,167	0,128	1,450	3,029	1,269	0,046	0,051	0,046	0,509	0,682	0,476
22	0,212	0,152	0,128	2,275	1,570	1,300	0,046	0,046	0,040	0,781	0,560	0,434
23	0,192	0,219	0,495	2,805	2,630	10,445	0,046	0,041	0,043	0,651	0,720	1,623
24	0,518	0,537	0,315	8,345	8,025	3,490	0,059	0,046	0,048	1,900	1,900	1,155
25	0,086	0,084	0,102	0,677	0,913	1,410	0,042	0,043	0,044	0,292	0,327	0,337
26	0,125	0,137	0,134	1,093	1,054	1,345	0,045	0,045	0,043	0,483	0,470	0,502
27	0,305	0,321	0,286	3,575	3,750	3,145	0,041	0,055	0,050	1,131	1,360	0,972

ANNEXES



Annexe X.7. Criblage influence des paramètres de cuisson IR+UV (Crittbois)

Somme de carrés séquentielle

Criblage pour Y1

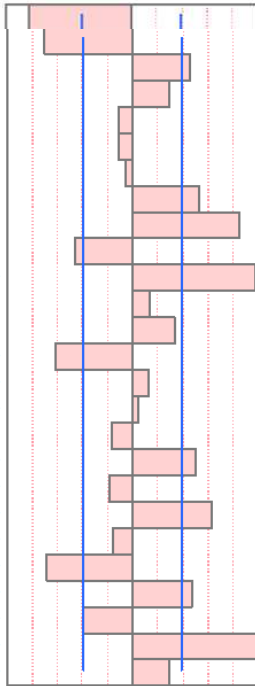
Contrastes

Terme	Contraste	Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X1	-0,196564	-3,48	0,0015*	0,0998
X7	-0,136083	-2,41	0,0214*	0,6616
X2	0,105842	1,87	0,0707	0,9711
X6	-0,090722	-1,60	0,1134	0,9985
X3	0,075602	1,34	0,1831	1,0000
X4	-0,030241	-0,53	0,6063	1,0000
X5	0,015120	0,27	0,7986	1,0000
X1*X1	-0,043649	-0,77	0,4407	1,0000
X1*X7	-0,023424	-0,41	0,6888	1,0000
X7*X7	-0,148405	-2,62	0,0132*	0,5114
X1*X2	-0,092593	-1,64	0,1063	0,9977
X7*X2	-0,058561	-1,04	0,2992	1,0000
X2*X2	0,061108	1,08	0,2787	1,0000
X1*X6	-0,144450	-2,55	0,0153*	0,5629
X7*X6	-0,045361	-0,80	0,4230	1,0000
X2*X6	-0,070273	-1,24	0,2131	1,0000
X1*X3	-0,015713	-0,28	0,7897	1,0000
X7*X3	0,025745	0,46	0,6593	1,0000
X2*X3	-0,043649	-0,77	0,4407	1,0000
X6*X3	-0,104670	-1,85	0,0734	0,9758
X3*X3	-0,043649	-0,77	0,4407	1,0000
X1*X4	0,043305	0,77	0,4440	1,0000
X7*X4	0,003294	0,06	0,9585	1,0000
X2*X4	0,060481	1,07	0,2840	1,0000
X7*X5	0,013095	0,23	0,8245	1,0000
X1*X1*X2	0,015120	0,27	0,7986	1,0000

Criblage pour Y2

Contrastes

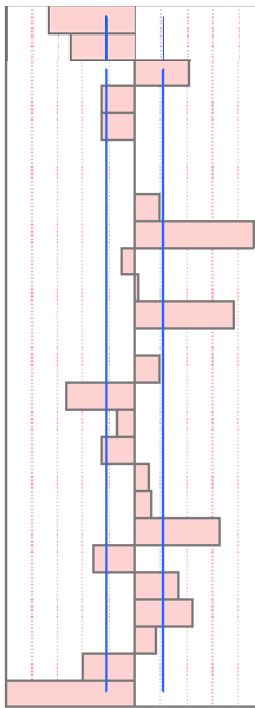
Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X1	-0,021168		-3,47	0,0030*	0,1101
X3	-0,018144		-2,97	0,0071*	0,2967
X4	0,012096		1,98	0,0527	0,9370
X2	0,007560		1,24	0,2137	1,0000
X7	-0,003024		-0,50	0,6261	1,0000
X5	-0,003024		-0,50	0,6261	1,0000
X6	-0,001512		-0,25	0,8058	1,0000
X1*X1	0,013968		2,29	0,0270*	0,7604
X1*X3	0,022222		3,64	0,0019*	0,0735
X3*X3	-0,012222		-2,00	0,0501	0,9301
X1*X4	0,025767	*	4,22	0,0005*	0,0176*
X3*X4	0,003704		0,61	0,5523	1,0000
X4*X4	0,008730		1,43	0,1549	1,0000
X1*X2	-0,016257	*	-2,66	0,0150*	0,4970
X3*X2	0,003123	*	0,51	0,6152	1,0000
X4*X2	0,001235	*	0,20	0,8394	1,0000
X2*X2	-0,004365		-0,71	0,4682	1,0000
X1*X7	0,013170	*	2,16	0,0356*	0,8509
X3*X7	-0,004600	*	-0,75	0,4451	1,0000
X2*X7	0,016435	*	2,69	0,0140*	0,4740
X1*X5	-0,003989	*	-0,65	0,5221	1,0000
X3*X5	-0,018130	*	-2,97	0,0071*	0,2983
X4*X5	0,012602	*	2,06	0,0442*	0,9035
X2*X5	-0,010210	*	-1,67	0,0970	0,9961
X3*X6	0,026189	*	4,29	0,0005*	0,0153*
X1*X3*X4	0,007560	*	1,24	0,2137	1,0000



Criblage pour Y3

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X7	-0,120962		-5,07	<,0001*	0,0029*
X3	-0,090722		-3,80	0,0011*	0,0512
X4	0,075602		3,17	0,0046*	0,2020
X2	-0,045361		-1,90	0,0607	0,9672
X6	-0,045361		-1,90	0,0607	0,9672
X5	2,628e-15		0,00	1,0000	1,0000
X1	1,616e-15		0,00	1,0000	1,0000
X7*X7	0,034919		1,46	0,1452	1,0000
X7*X3	0,166667		6,99	<,0001*	0,0003*
X3*X3	-0,017459		-0,73	0,4619	1,0000
X7*X4	0,006173	*	0,26	0,7980	1,0000
X7*X2	0,140546	*	5,89	<,0001*	0,0007*
X3*X2	-1,11e-16		-0,00	1,0000	1,0000
X4*X2	0,035136	*	1,47	0,1429	1,0000
X2*X2	-0,096027		-4,03	0,0006*	0,0302*
X7*X6	-0,024691	*	-1,03	0,3025	1,0000
X3*X6	-0,046849	*	-1,96	0,0521	0,9513
X4*X6	0,021472	*	0,90	0,3673	1,0000
X2*X6	0,022680	*	0,95	0,3410	1,0000
X7*X5	0,118783	*	4,98	<,0001*	0,0033*
X3*X5	-0,057149	*	-2,40	0,0217*	0,6794
X4*X5	0,061108	*	2,56	0,0161*	0,5659
X7*X1	0,081144	*	3,40	0,0024*	0,1230
X2*X1	0,030241	*	1,27	0,2062	1,0000
X6*X1	-0,074382	*	-3,12	0,0052*	0,2247
X7*X3*X2	-0,181444	*	-7,61	<,0001*	0,0002*



Criblage pour Y4

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X5	4,68533		4,8e+13	0,0000*	0,0000*
X1	1,29505		1,3e+13	0,0000*	0,0000*
X4	-1,08050		-1e+13	0,0000*	0,0000*
X6	0,81196		8,3e+12	0,0000*	0,0000*
X2	0,59105		6e+12	0,0000*	0,0000*
X7	0,57926		5,9e+12	0,0000*	0,0000*
X3	-0,04309		-4e+11	0,0000*	0,0000*
X5*X5	-0,99597		-1e+13	0,0000*	0,0000*
X5*X1	1,08150	*	1,1e+13	0,0000*	0,0000*
X1*X1	0,68694		7e+12	0,0000*	0,0000*
X5*X4	3,13147	*	3,2e+13	0,0000*	0,0000*
X1*X4	-0,35608	*	-4e+12	0,0000*	0,0000*
X5*X6	-0,58222		-6e+12	0,0000*	0,0000*
X1*X6	1,34537	*	1,4e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X6	-2,23081	*	-2e+13	0,0000*	0,0000*
X6*X6	-0,02881		-3e+11	0,0000*	0,0000*
X5*X2	-0,64363	*	-7e+12	0,0000*	0,0000*
X1*X2	-1,37987	*	-1e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X2	2,49685	*	2,5e+13	0,0000*	0,0000*
X6*X2	0,06056	*	6,2e+11	0,0000*	0,0000*
X5*X7	1,11371	*	1,1e+13	0,0000*	0,0000*
X1*X7	-2,12187	*	-2e+13	0,0000*	0,0000*
X4*X7	2,47042	*	2,5e+13	0,0000*	0,0000*
X6*X7	0,06228	*	6,3e+11	0,0000*	0,0000*
X5*X3	2,21767	*	2,3e+13	0,0000*	0,0000*
X5*X5*X6	-1,67609	*	-2e+13	0,0000*	0,0000*

Criblage pour Y5

Contrastes

Terme	Contraste		Rapport t de Lenth	P-value des observations	P-value simultanée
X7	0,039615		2,87	0,0079*	0,3436
X5	0,031904		2,31	0,0248*	0,7434
X2	-0,019505		-1,41	0,1604	1,0000
X4	-0,016632		-1,21	0,2270	1,0000
X6	-0,013911		-1,01	0,3094	1,0000
X3	0,010584		0,77	0,4418	1,0000
X1	0,005443		0,39	0,6973	1,0000
X7*X7	-0,000524		-0,04	0,9708	1,0000
X7*X5	0,038767	*	2,81	0,0098*	0,3837
X5*X5	0,026451	*	1,92	0,0580	0,9606
X7*X2	-0,006090	*	-0,44	0,6617	1,0000
X5*X2	0,004838	*	0,35	0,7326	1,0000
X7*X4	-0,029444	*	-2,13	0,0370*	0,8697
X5*X4	-0,008198	*	-0,59	0,5620	1,0000
X2*X4	-0,021082	*	-1,53	0,1307	0,9994
X4*X4	0,008904		0,65	0,5303	1,0000
X7*X6	-0,019126	*	-1,39	0,1682	1,0000
X5*X6	-0,058697	*	-4,25	0,0002*	0,0155*
X2*X6	0,034844	*	2,52	0,0174*	0,5801
X4*X6	0,023663	*	1,71	0,0882	0,9929
X7*X3	0,017691	*	1,28	0,2027	1,0000
X2*X3	0,024163	*	1,75	0,0811	0,9901
X7*X1	-0,012104	*	-0,88	0,3797	1,0000
X5*X1	0,048889	*	3,54	0,0015*	0,0883
X2*X1	-0,014969	*	-1,08	0,2744	1,0000
X7*X5*X4	0,005443	*	0,39	0,6973	1,0000

Annexe X.8. Ajustement selon la méthode des moindres carrés

• Adhérence du feuil sec :Y1

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	2,2716049		0,054834	41,43	<,0001*
X1[L1]	0,2098765		0,077547	2,71	0,0086*
X1[L2]	0,0617284		0,077547	0,80	0,4289
X1[L3]	-0,271605		0,077547	-3,50	0,0008*
X2[L1]	-0,08642		0,077547	-1,11	0,2691
X2[L2]	-0,08642		0,077547	-1,11	0,2691
X2[L3]	0,1728395		0,077547	2,23	0,0292*
X3[L1]	-0,123457		0,077547	-1,59	0,1162
X3[L2]	0,0617284		0,077547	0,80	0,4289
X3[L3]	0,0617284		0,077547	0,80	0,4289
X4[L1]	0,0246914		0,077547	0,32	0,7512
X4[L2]	0,0246914		0,077547	0,32	0,7512
X4[L3]	-0,049383		0,077547	-0,64	0,5264
X5[L1]	-0,08642		0,077547	-1,11	0,2691
X5[L2]	0,1358025		0,077547	1,75	0,0846
X5[L3]	-0,049383		0,077547	-0,64	0,5264
X6[L1]	0,0987654		0,077547	1,27	0,2073
X6[L2]	0,0246914		0,077547	0,32	0,7512
X6[L3]	-0,123457		0,077547	-1,59	0,1162
X7[L1]	0,0617284		0,077547	0,80	0,4289
X7[L2]	0,2098765		0,077547	2,71	0,0086*
X7[L3]	-0,271605		0,077547	-3,50	0,0008*

• Résistance à la rayure :Y2

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,5790123		0,008181	70,78	<,0001*
X1[L1]	0,0358025		0,011569	3,09	0,0029*
X1[L2]	-0,019753		0,011569	-1,71	0,0925
X1[L3]	-0,016049		0,011569	-1,39	0,1700
X2[L1]	-0,012346		0,011569	-1,07	0,2898
X2[L2]	0,0061728		0,011569	0,53	0,5954
X2[L3]	0,0061728		0,011569	0,53	0,5954
X3[L1]	0,0135802		0,011569	1,17	0,2447
X3[L2]	0,017284		0,011569	1,49	0,1400
X3[L3]	-0,030864		0,011569	-2,67	0,0096*
X4[L1]	-0,008642		0,011569	-0,75	0,4577
X4[L2]	-0,012346		0,011569	-1,07	0,2898
X4[L3]	0,0209877		0,011569	1,81	0,0742
X5[L1]	0,0061728		0,011569	0,53	0,5954
X5[L2]	-0,004938		0,011569	-0,43	0,6709
X5[L3]	-0,001235		0,011569	-0,11	0,9153
X6[L1]	-0,012346		0,011569	-1,07	0,2898
X6[L2]	0,0283951		0,011569	2,45	0,0168*
X6[L3]	-0,016049		0,011569	-1,39	0,1700
X7[L1]	0,0098765		0,011569	0,85	0,3964
X7[L2]	-0,012346		0,011569	-1,07	0,2898
X7[L3]	0,0024691		0,011569	0,21	0,8317

• Résistance à l'acétone :Y3

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	3,2345679		0,040435	79,99	<,0001*
X1[L1]	0,0617284		0,057184	1,08	0,2843
X1[L2]	-0,123457		0,057184	-2,16	0,0345*
X1[L3]	0,0617284		0,057184	1,08	0,2843
X2[L1]	-0,012346		0,057184	-0,22	0,8297
X2[L2]	0,1358025		0,057184	2,37	0,0205*
X2[L3]	-0,123457		0,057184	-2,16	0,0345*
X3[L1]	0,0987654		0,057184	1,73	0,0888
X3[L2]	0,0246914		0,057184	0,43	0,6673
X3[L3]	-0,123457		0,057184	-2,16	0,0345*
X4[L1]	-0,012346		0,057184	-0,22	0,8297
X4[L2]	-0,160494		0,057184	-2,81	0,0066*
X4[L3]	0,1728395		0,057184	3,02	0,0036*
X5[L1]	0,0617284		0,057184	1,08	0,2843
X5[L2]	-0,123457		0,057184	-2,16	0,0345*
X5[L3]	0,0617284		0,057184	1,08	0,2843
X6[L1]	0,0617284		0,057184	1,08	0,2843
X6[L2]	-0,012346		0,057184	-0,22	0,8297
X6[L3]	-0,049383		0,057184	-0,86	0,3909
X7[L1]	0,1728395		0,057184	3,02	0,0036*
X7[L2]	-0,049383		0,057184	-0,86	0,3909
X7[L3]	-0,123457	0,057184	-2,16	0,0345*	

• Taux de réticulation :Y4

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	89,709259		0,793647	113,03	<,0001*
X1[L1]	-1,10037		1,122387	-0,98	0,3305
X1[L2]	-0,971481		1,122387	-0,87	0,3899
X1[L3]	2,0718519		1,122387	1,85	0,0694
X2[L1]	-1,787037		1,122387	-1,59	0,1161
X2[L2]	2,1262963		1,122387	1,89	0,0625
X2[L3]	-0,339259		1,122387	-0,30	0,7634
X3[L1]	0,232963		1,122387	0,21	0,8362
X3[L2]	-0,36037		1,122387	-0,32	0,7492
X3[L3]	0,1274074		1,122387	0,11	0,9100
X4[L1]	2,3785185		1,122387	2,12	0,0378*
X4[L2]	-2,11037		1,122387	-1,88	0,0645
X4[L3]	-0,268148		1,122387	-0,24	0,8119
X5[L1]	-6,442593		1,122387	-5,74	<,0001*
X5[L2]	1,4085185		1,122387	1,25	0,2139
X5[L3]	5,0340741		1,122387	4,49	<,0001*
X6[L1]	-1,014815		1,122387	-0,90	0,3692
X6[L2]	0,0407407		1,122387	0,04	0,9712
X6[L3]	0,9740741		1,122387	0,87	0,3886
X7[L1]	-1,053704		1,122387	-0,94	0,3513
X7[L2]	0,6885185		1,122387	0,61	0,5417
X7[L3]	0,3651852	1,122387	0,33	0,7459	

• Rugosité de surface :Y5

Facteurs nominaux étendus à tous les niveaux

Terme	Estimation des coefficients codés		Écart-type	Rapport t	Prob.> t
Constante	0,2496296		0,015523	16,08	<,0001*
X1[L1]	0,0103704		0,021953	0,47	0,6382
X1[L2]	-0,034074		0,021953	-1,55	0,1254
X1[L3]	0,0237037		0,021953	1,08	0,2842
X2[L1]	0,0322222		0,021953	1,47	0,1469
X2[L2]	-0,016667		0,021953	-0,76	0,4504
X2[L3]	-0,015556		0,021953	-0,71	0,4811
X3[L1]	-0,051852		0,021953	-2,36	0,0211*
X3[L2]	0,0777778		0,021953	3,54	0,0007*
X3[L3]	-0,025926		0,021953	-1,18	0,2418
X4[L1]	0,0266667		0,021953	1,21	0,2288
X4[L2]	-0,012593		0,021953	-0,57	0,5682
X4[L3]	-0,014074		0,021953	-0,64	0,5237
X5[L1]	-0,02037		0,021953	-0,93	0,3568
X5[L2]	-0,037407		0,021953	-1,70	0,0931
X5[L3]	0,0577778		0,021953	2,63	0,0106*
X6[L1]	0,0437037		0,021953	1,99	0,0506
X6[L2]	-0,053333		0,021953	-2,43	0,0178*
X6[L3]	0,0096296		0,021953	0,44	0,6623
X7[L1]	-0,048889		0,021953	-2,23	0,0294*
X7[L2]	0,0007407	0,021953	0,03	0,9732	
X7[L3]	0,0481481	0,021953	2,19	0,0318*	

Annexe X.9. Paramètres de cuisson IR+UV optimisés sur la poudre 640UV

	Paramètre de cuisson IR+UV	Tests de finitions				MOYENNE
		Arrachement	Rayure	Acétone	Taux de conversion	
Four IR	Distance des plaques (mm)	80	160		160	133
	Puissance des plaques (W/cm)	1,91	1,91	1,91	1,91	1,91
	Ventilation de refoulement (%)	<70	<75	>70	90	80
	Vitesse d'amenage IR (Mt)		1	>1	0,7	0,85
	Temps passé dans le four IR (min)	3	3	3	3	3
Tunnel UV	Nombre de lampes UV	4	4		4	4
	Vitesse d'amenage UV (Mt)	≥5	3-5	≤3	3	3

Annexe X.10. Vérification de la cuisson IR+UV sur d'autres poudres UV

Poudres testées:

ref	Uréthane Acrylate/polyester insaturé cristallin	640UV	rouge RAL 3020	lisse mat	MDF		DJB 211/5
	Uréthane Acrylate/polyester insaturé cristallin	640UV	gris RAL 7015	lisse mat	MDF		DJB 212/5
	Uréthane Acrylate/polyester insaturé cristallin	640UV	Vernis	lisse satin	MDF		DJB 216/3
	Uréthane Acrylate/polyester insaturé cristallin	640UV	Blanc 672	lisse brillant	MDF (à polir)	9A050F	
	Polyester insaturé	340UV	Blanc 657	grainé	MDF	9A351F	JA37977FU
	Polyester insaturé	340UV	Vernis	grainé mat	MDF		DKE 226/5

- **Epaisseur du feuil :**

Résultats Epaisseur (NF EN ISO 2808) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	rouge lisse mat RAL3020	100	95	100	98,3	5
	gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	00	95	00	05,0	15
	Vernis lisse satiné DJB213/3	100	105	100	101,7	5
	blanc 672 lisse brillant 9A050F	90	95	100	95,0	10
340UV	blanc 657 grainé 9A351F	90	90	70	83,3	20
	Vernis grainé mat DKE226/5	105	100	100	101,7	5
moyenne :					94,2	10,00

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL 3020	1	2	2	2	1
	Gris lisse mat RAL 7015 DJB212/5	1	1	1	1	0
	Vernis lisse satiné DJB213/3	0	0	0	0	0
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	2	2	2	2	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	1	1	2	1	1
	Vernis grainé mat DKE226/5	2	2	3	2	1
moyenne :					1	0,50

Résultats Rayure (NF EN 15186) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	0,7	0,6	0,6	0,63	0
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	0,5	0,5	0,6	0,53	0
	Vernis lisse satiné DJB213/3	0,4	0,5	0,4	0,43	0
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	0,8	0,8	0,7	0,77	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	0,7	0,8	0,7	0,73	0
	Vernis grainé mat DKE226/5	0,7	0,6	0,7	0,67	0
moyenne :					0,63	0,10

Résultats résistance à l'acétone (XFD 60 050 (13,2)) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	4	3	4	3,7	1
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	4	3	4	3,7	1
	Vernis lisse satiné DJB213/3	4	3	4	3,7	1
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	3	3	3	3,0	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	3	3	3	3,0	0
	Vernis grainé mat DKE226/5	2	3	3	2,7	1
moyenne :					3,3	0,50

- **Résistance à l'adhérence par quadrillage :**

Résultats Epaisseur (NF EN ISO 2808) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	rouge lisse mat RAL3020	100	95	100	98,3	5
	gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	80	95	80	85,0	15
	Vernis lisse satiné DJB213/3	100	105	100	101,7	5
	blanc 672 lisse brillant 9A050F	90	95	100	95,0	10
340UV	blanc 657 grainé 9A351F	90	90	70	83,3	20
	Vernis grainé mat DKE226/5	105	100	100	101,7	5
moyenne :					94,2	10,00

Résultats Adhérence par quadrillage (NF EN ISO 2409) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	1	2	2	2	1
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	1	1	1	1	0
	Vernis lisse satiné DJB213/3	0	0	0	0	0
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	2	2	2	2	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	1	1	2	1	1
	Vernis grainé mat DKE226/5	2	2	3	2	1
					moyenne :	1
						0,50

- **Résistance à la rayure :**

Résultats Rayure (NF EN 115186) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	0,7	0,6	0,6	0,63	0
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	0,5	0,5	0,6	0,53	0
	Vernis lisse satiné DJB213/3	0,4	0,5	0,4	0,43	0
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	0,8	0,8	0,7	0,77	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	0,7	0,8	0,7	0,73	0
	Vernis grainé mat DKE226/5	0,7	0,6	0,7	0,67	0
					moyenne :	0,63
						0,10

- **Résistance à l'acétone :**

Résultats résistance à l'acétone (XPD 60 050 (13,2)) :

Essais		Epaisseur 1 (μm)	Epaisseur 2 (μm)	Epaisseur 3 (μm)	Moyenne (μm)	Etendue
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	4	3	4	3,7	1
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	4	3	4	3,7	1
	Vernis lisse satiné DJB213/3	4	3	4	3,7	1
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	3	3	3	3,0	0
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	3	3	3	3,0	0
	Vernis grainé mat DKE226/5	2	3	3	2,7	1
					moyenne :	3,3
						0,50

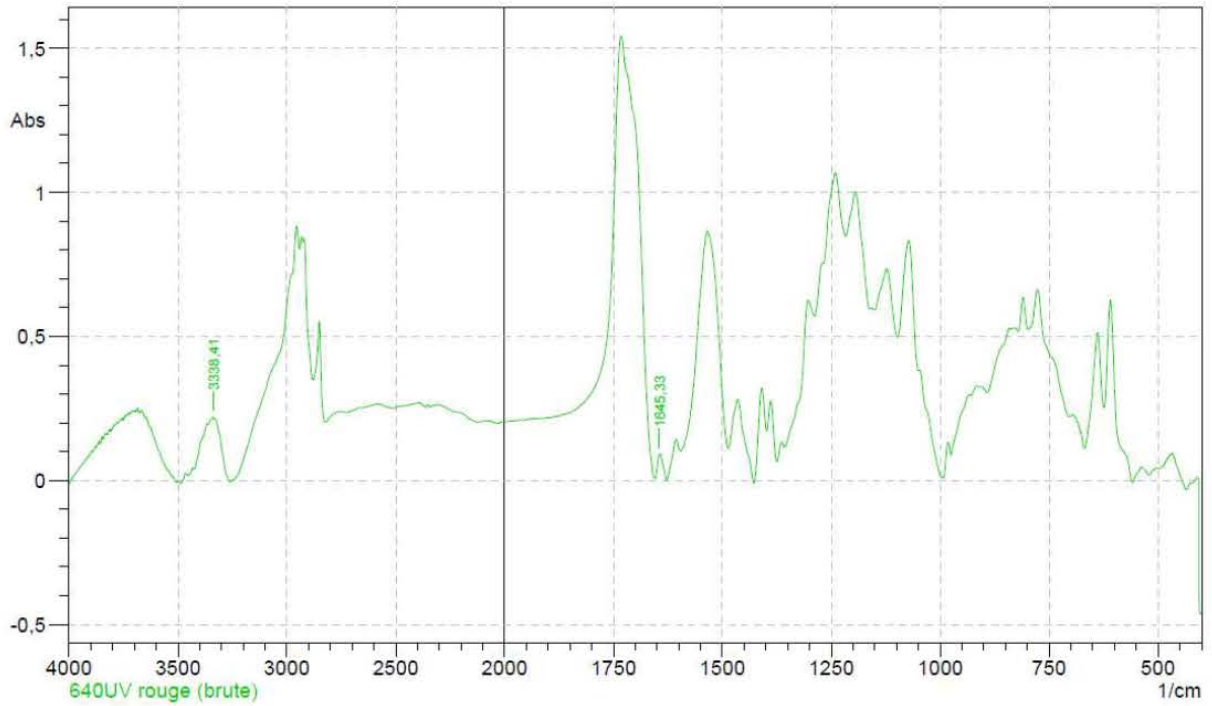
- **Taux de conversion :**

Essai de cuisson		Aires des pics UV				Taux de conversion (%)
		poudre brute		poudre cuite		
		caract: 1410 cm^{-1} : epoxydes	ref: 1580 cm^{-1} : polyesters	caract: 1410 cm^{-1} : epoxydes	ref: 1580 cm^{-1} : polyesters	
340UV	Blanc 657 grainé 9A351F	10,7984	2,4729	9,0793	12,2464	83,0218225
	Vernis grainé mat DKE226/5	11,6457	3,8774	8,5821	12,5935	77,310646
Essai de cuisson		poudre brute		poudre cuite		Taux de conversion (%)
		ref: 3340 cm^{-1} : uréthanes	caract: 1608 cm^{-1} : acrylates	ref: 3340 cm^{-1} : uréthanes	caract: 1608 cm^{-1} : acrylates	
640UV	Rouge lisse mat RAL3020	13,0996	0,5019	10,774	0,4862	15,0973633
	Gris lisse mat RAL7015 DJB212/5	8,0782	0,4513	0,6573	0,0766	52,0613726
	Vernis lisse satiné DJB213/3	18,5841	0,5767	0,2728	0,0452	81,2710104
	Blanc 672 lisse brillant 9A050F	38,6799	0,5029	1,6764	0,1386	84,2742736

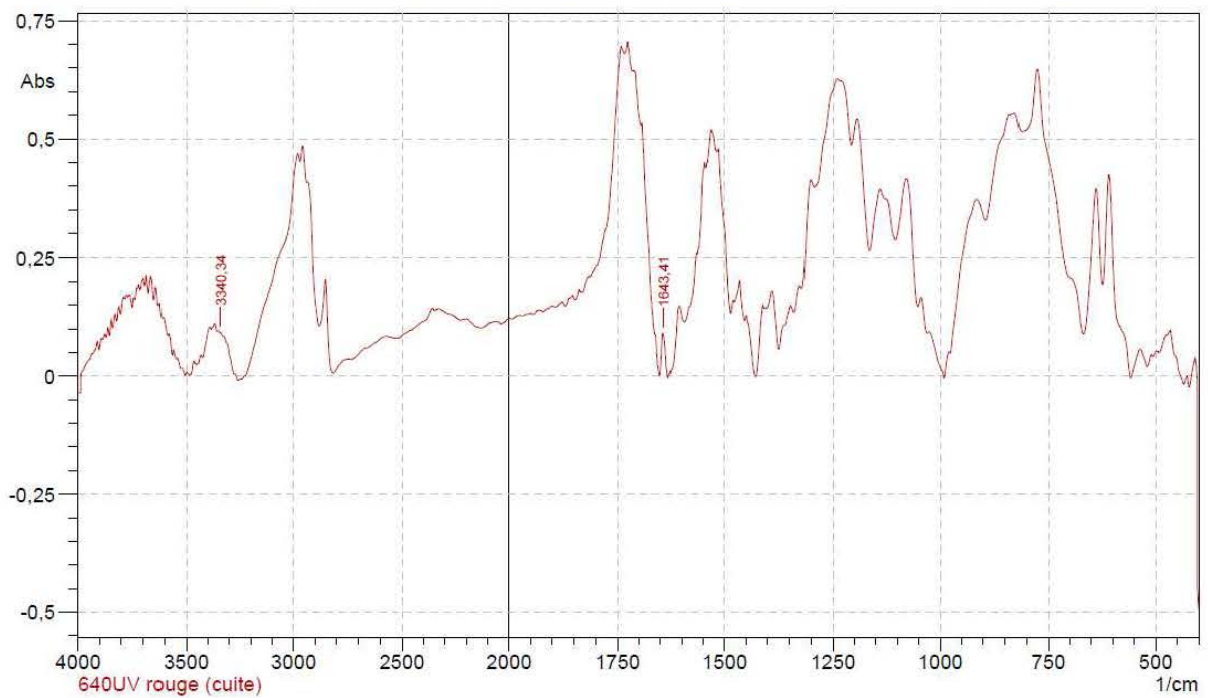
⇒ Les spectres FTIR :

ANNEXES

• Rouge 640UV :



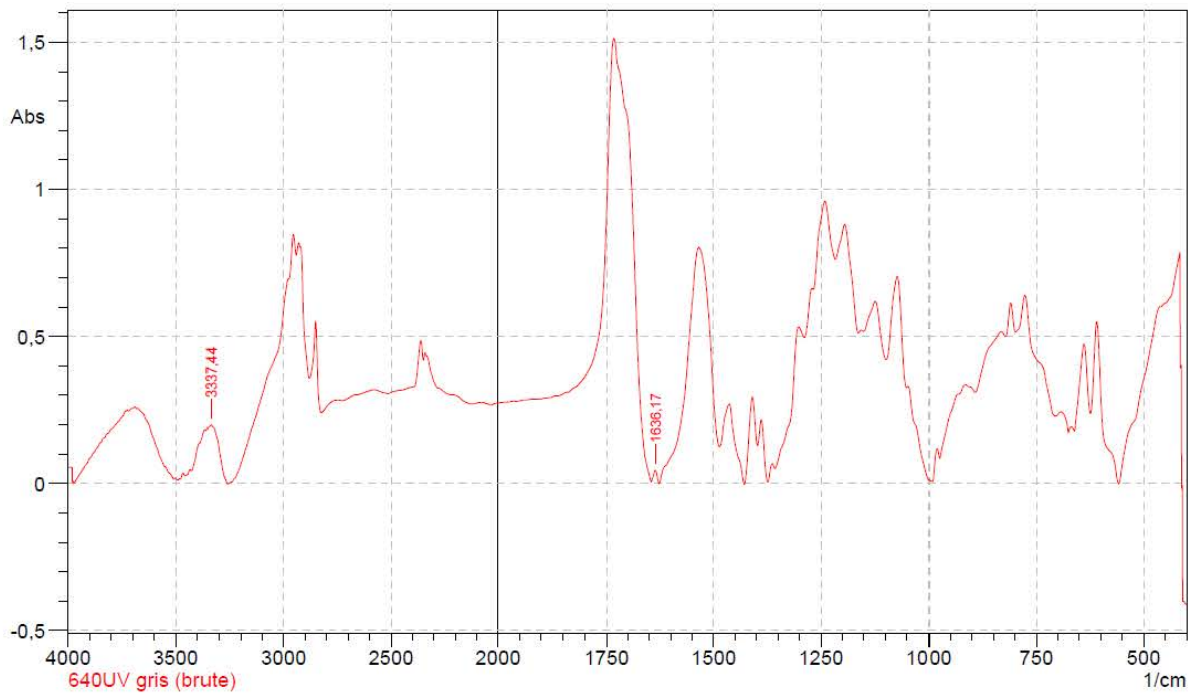
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1645,33	0,0888	0,0081	1654,98	1644,37	0,5019	-0,0004
2	3338,41	0,219	0,0658	3359,14	3260,77	13,0996	3,7384



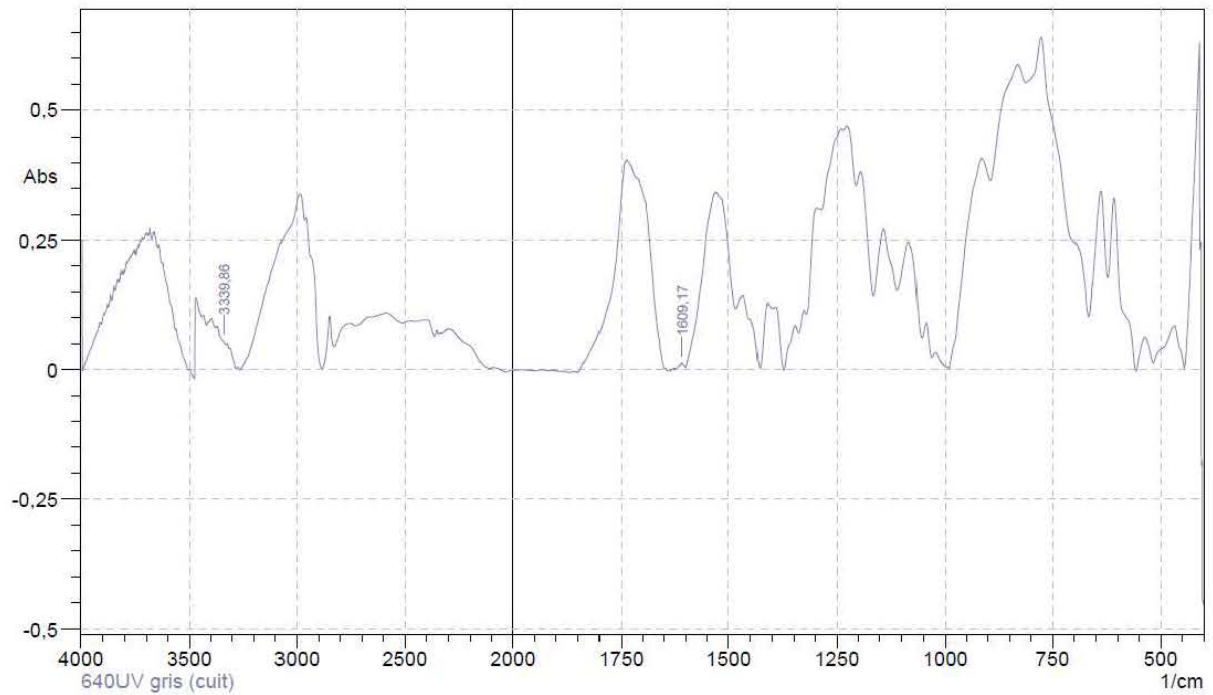
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1643,41	0,0897	0,0052	1643,89	1632,8	0,4862	0,014
2	3340,34	0,0919	0,0021	3342,75	3330,69	1,0774	0,0189

• Gris 640UV :

ANNEXES



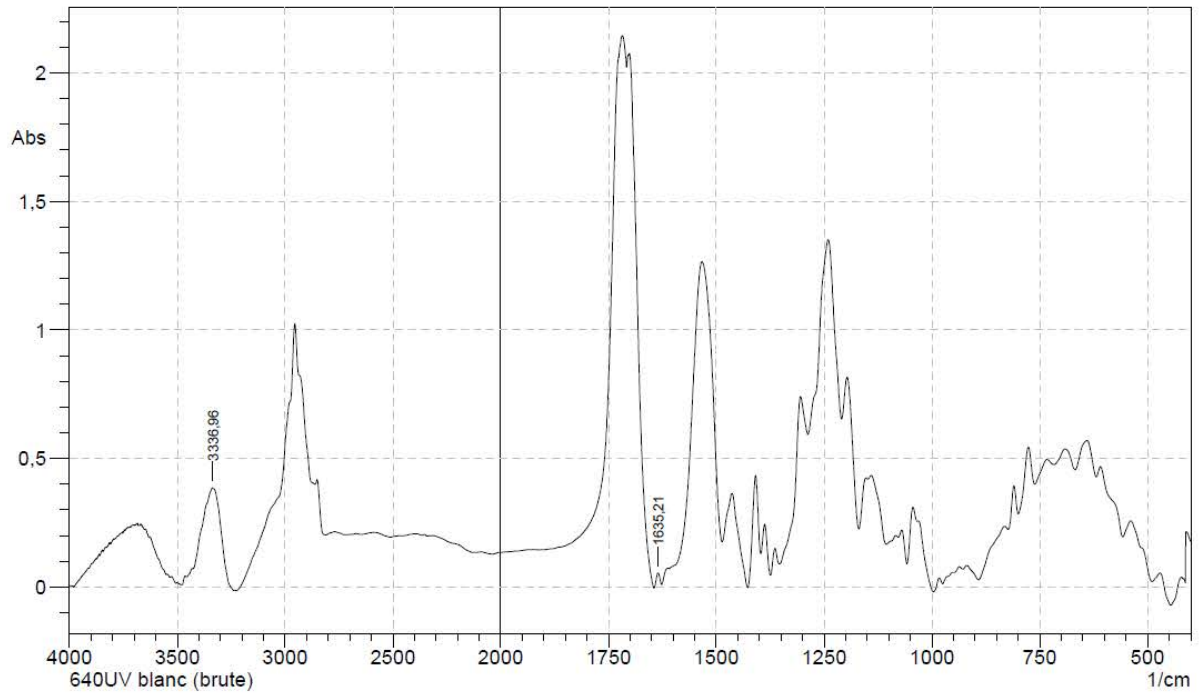
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1636,17	0,0452	0,043	1645,33	1627,49	0,4513	0,4107
2	3337,44	0,1994	0,0013	3337,93	3261,74	8,0782	0,5532



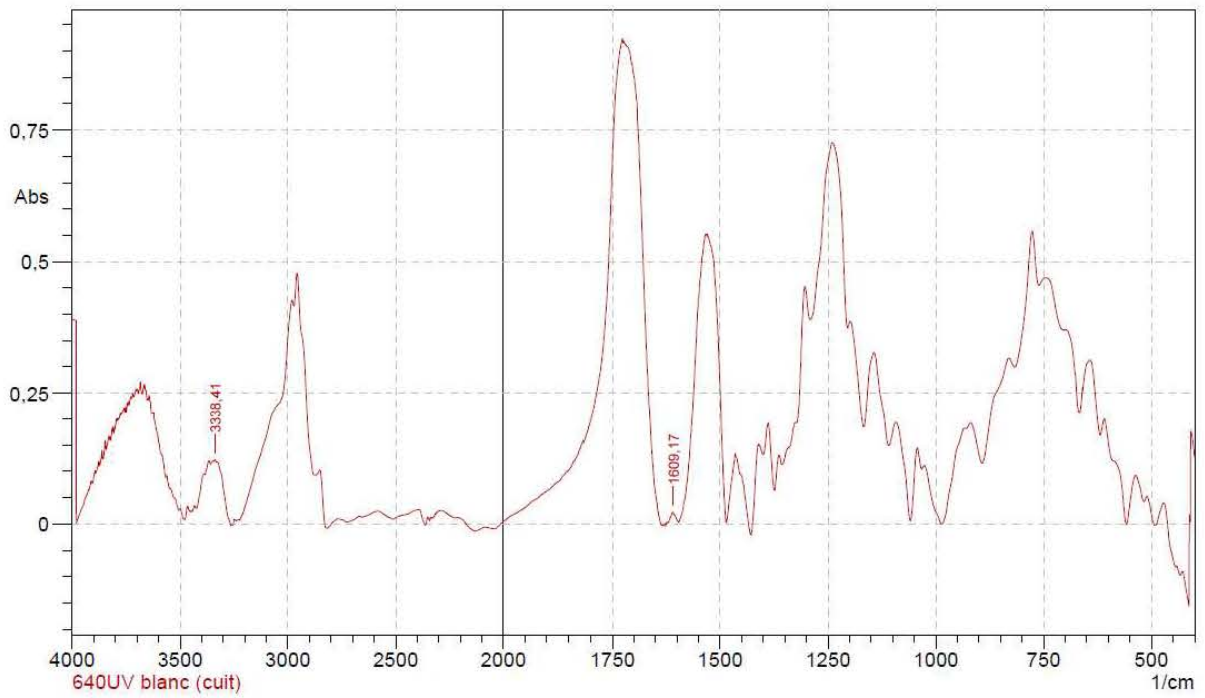
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1609,17	0,0133	0,0042	1614,95	1607,72	0,0766	0,0184
2	3339,86	0,055	0,0019	3342,75	3330,21	0,6573	0,0118

• Blanc 640UV :

ANNEXES



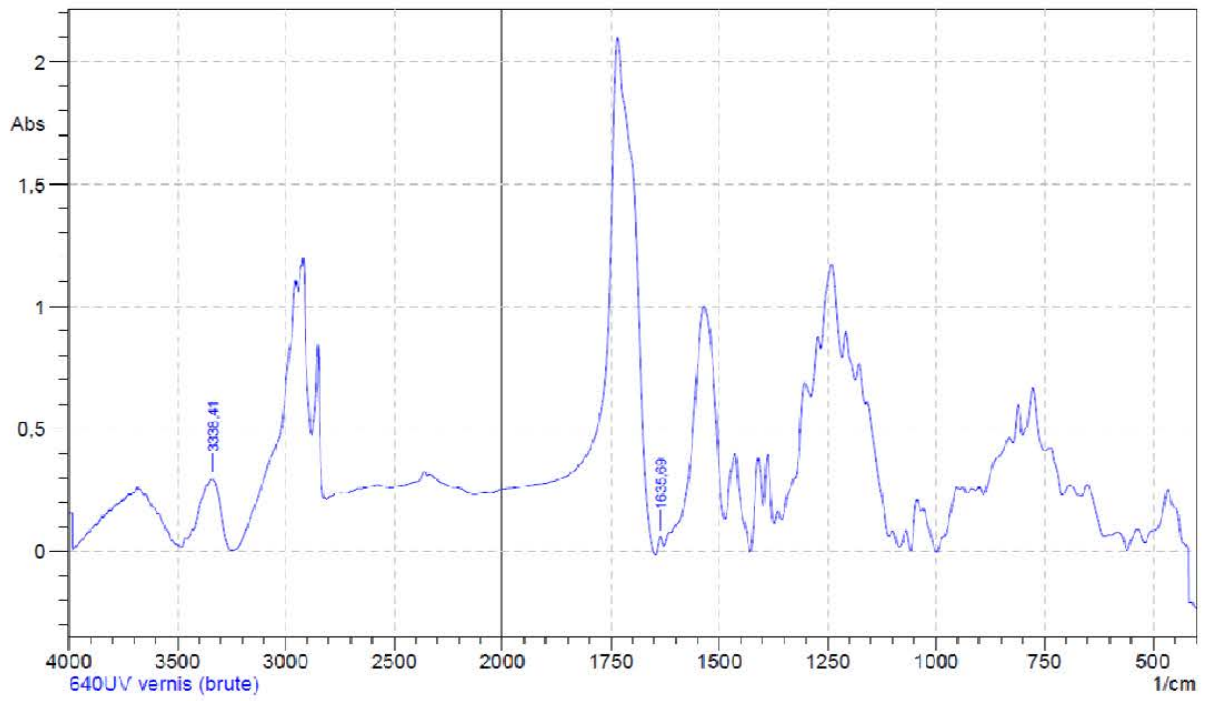
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1635,21	0,0546	0,0527	1644,37	1626,53	0,5209	0,4906
2	3336,96	0,3861	0,3556	3427,14	3238,11	38,6799	33,2774



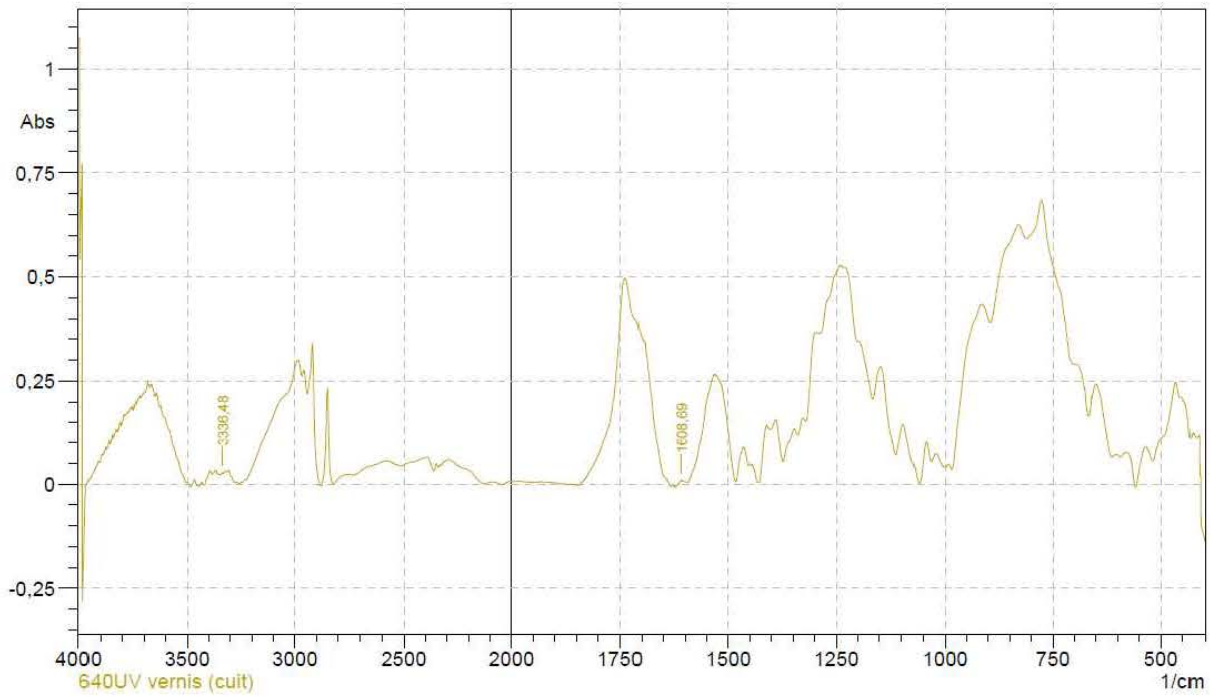
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1609,17	0,0228	0,0065	1614,95	1607,72	0,1386	0,0317
2	3338,41	0,122	0,0038	3344,2	3330,21	1,6764	0,0262

• Vernis 640UV :

ANNEXES



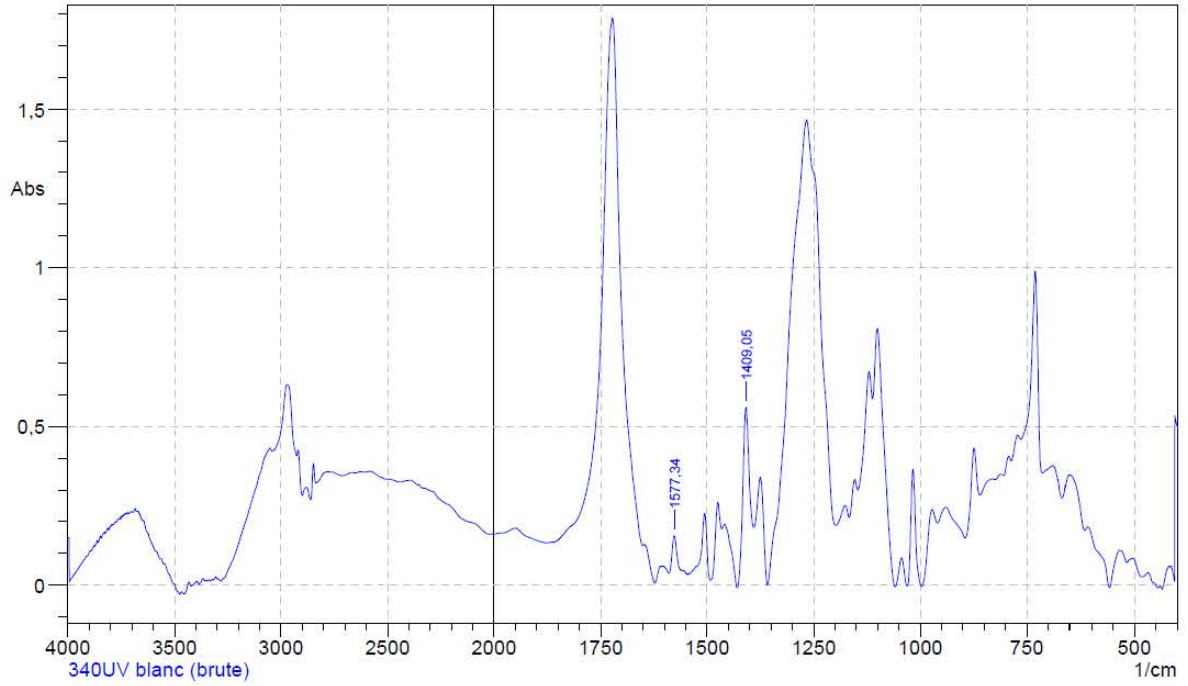
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1635,69	0,0598	0,057	1645,82	1626,53	0,5767	0,5386
2	3338,41	0,2955	0,0777	3359,14	3252,57	18,5841	4,0346



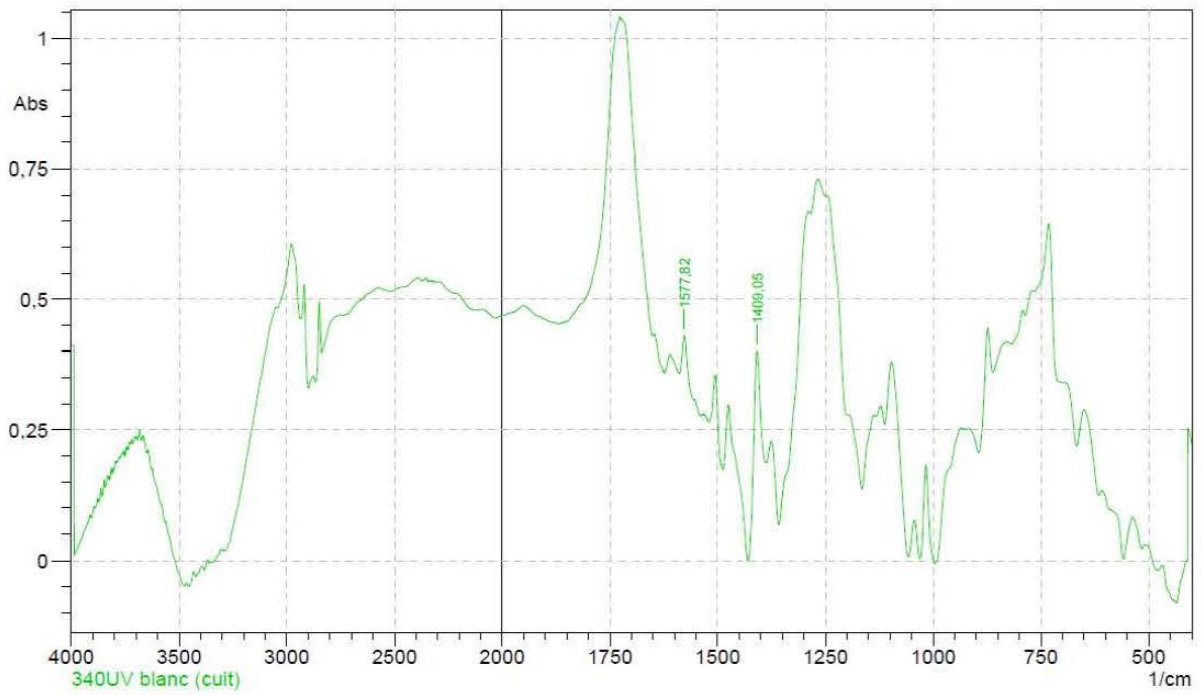
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1608,69	0,0099	0,0038	1614,95	1607,72	0,0452	0,0152
2	3336,48	0,0274	0,0034	3343,23	3332,62	0,2728	0,0218

ANNEXES

• Blanc 340UV :



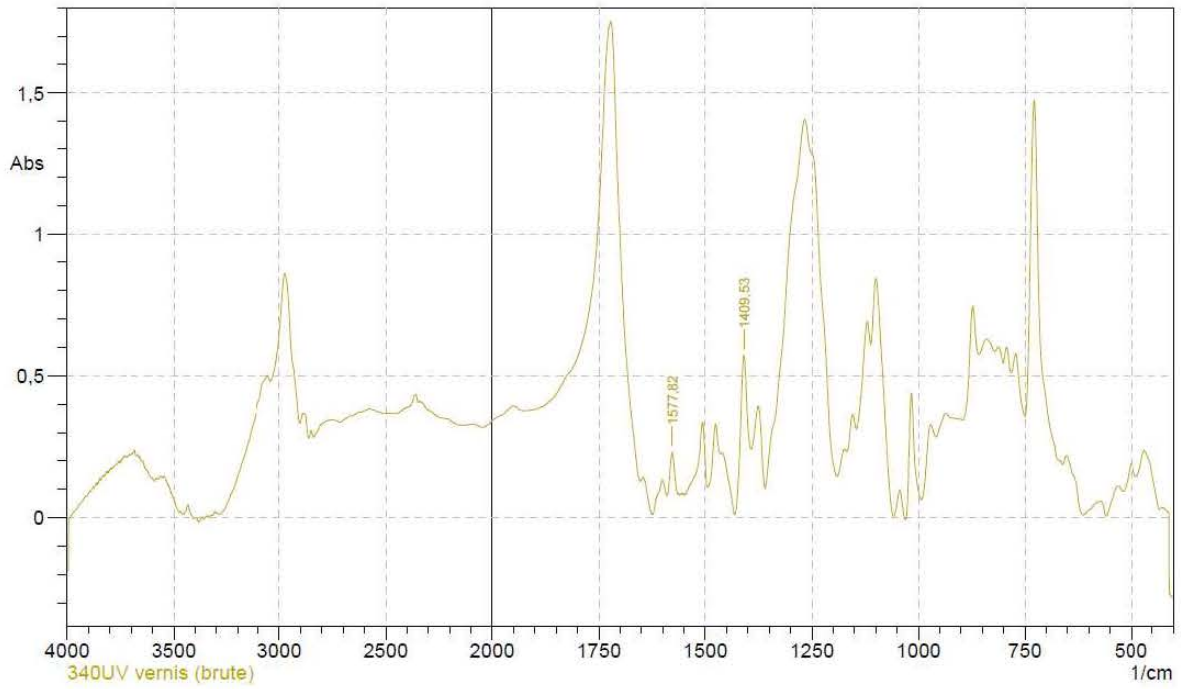
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,5614	0,4732	1428,34	1390,24	10,7984	7,486
2	1577,34	0,1566	0,1124	1589,4	1563,36	2,4729	1,3119



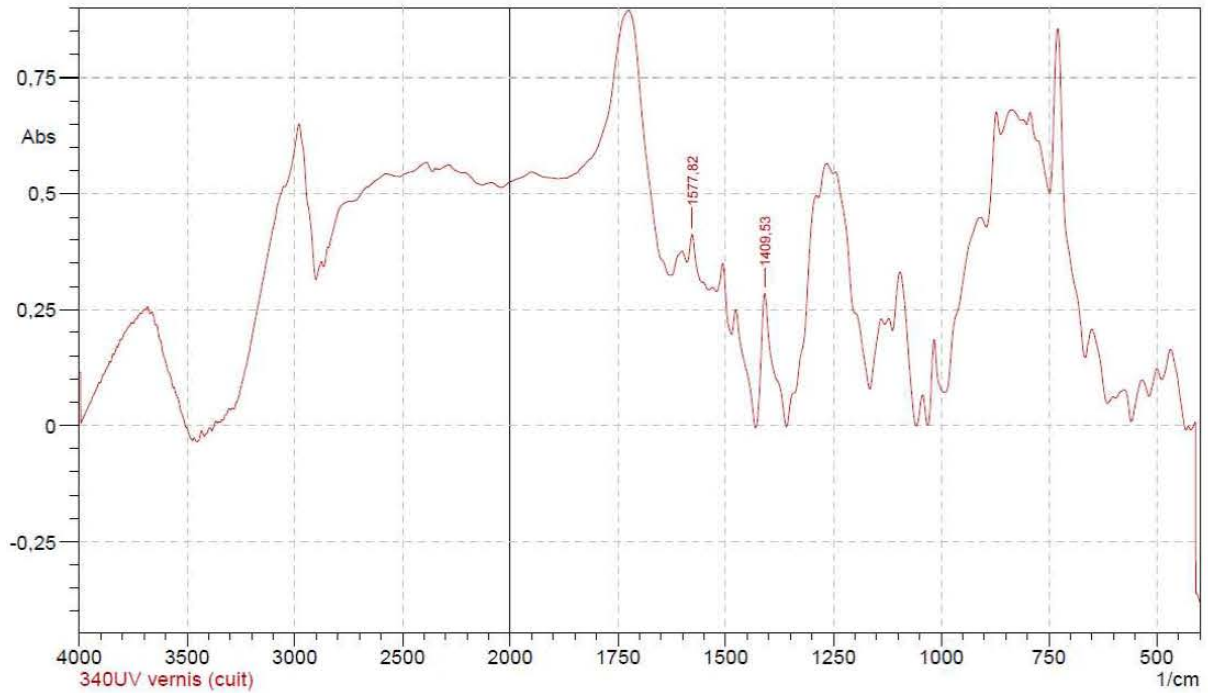
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409,05	0,4008	0,3101	1428,34	1388,31	9,0793	5,3141
2	1577,82	0,4299	0,0893	1589,4	1556,12	12,2464	1,177

ANNEXES

• Vernis 340UV :



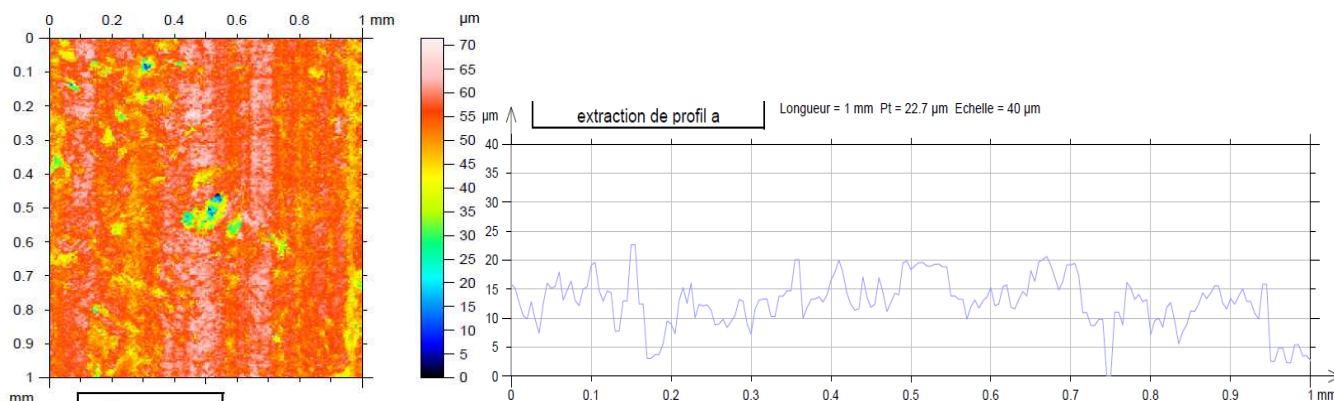
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409.53	0,5723	0,4319	1431,23	1392,65	11,6457	6,789
2	1577,82	0,2302	0,1507	1589,88	1563,36	3,8774	1,7651



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	1409.53	0,285	0,289	1430,26	1358,9	8,5821	8,8232
2	1577,82	0,4128	0,075	1589,4	1554,2	12,5935	0,9643

ANNEXES

Annexe Y. EVALUATION DE LA RUGOSITE DU MDF- INTERFACE FINITION/SUBSTRAT



	RSm : largeur moyenne des éléments du profil
1ère zone	0,038
	0,031
	0,032
2ème zone	0,032
	0,035
	0,035
3ème zone	0,038
	0,036
	0,036
4ème zone	0,033
	0,034
	0,038

Moyenne: 0,035 mm soit 34,7 µm

Annexe Z. SUBSTITUTION PAR DES GROUPEMENTS ALLYLES DES B-CYCLODEXTRINES ET CARACTERISATION

Protocole de substitution:

Dans un tricol d'un litre, on introduit 250 mL de DMF (N,N-diméthylformamide) et 250 mL de DMSO (diméthyle sulphoxyde) puis 11,335 g (0,01 mol) de β -CD sous agitation continue. Après dissolution complète de la β -CD et obtention d'une solution homogène transparente, on ajoute très lentement 56,423 g (0,37 mol) de BaO et 56,425 g (0,18 mol) de Ba(OH)₂, 8H₂O. On obtient alors une suspension épaisse blanche. On introduit 58 mL (0,66 mol) de bromure d'allyle goutte à goutte par l'intermédiaire d'une ampoule à brome. Le milieu réactionnel est maintenu entre 2 et 6°C grâce à un bain de glace pendant 48 h.

En fin de réaction, le mélange réactionnel est rincé plusieurs fois par du dichlorométhane CH₂Cl₂. La partie liquide est récupérée puis séparée par centrifugeuse. Le filtrat est placé dans une ampoule à décanter dans laquelle on ajoute du CH₂Cl₂ et on procède à 2 lavages à l'eau distillée. Les phases organiques (plus lourdes que la phase aqueuse) sont rassemblées pour évaporation des solvants sous vide dans un ballon Büchi, puis concentration sous vide jusqu'à obtention d'un solide jaunâtre (β -CD modifiée de formule brute : C₈₄H₁₂₆O₃₅).

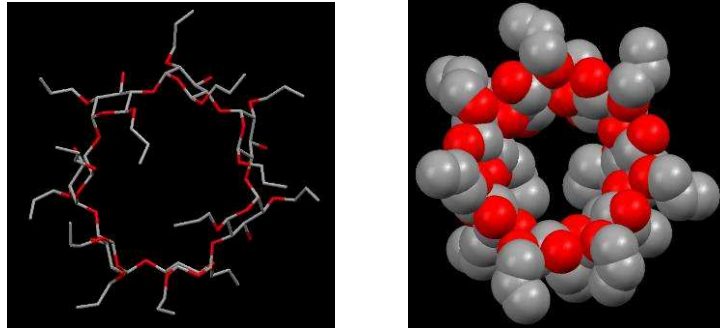
Caractérisation des la β -cyclodextrine allylée:

La spectroscopie de masse a confirmé l'obtention de la molécule en question par le protocole cité ci-dessus, avec une masse molaire de 1712,8625 g.mol⁻¹ qui correspond à [M + NH₄]⁺, en accord avec la masse calculée pour C₈₄H₁₂₆O₃₅ (1694,8080 g.mol⁻¹).

La cristallisation de ce produit, réalisée dans du dichlorométhane additionné de quelques gouttes de diméthylformamide, et l'analyse des cristaux par diffraction aux rayons X avait permis de montrer

ANNEXES

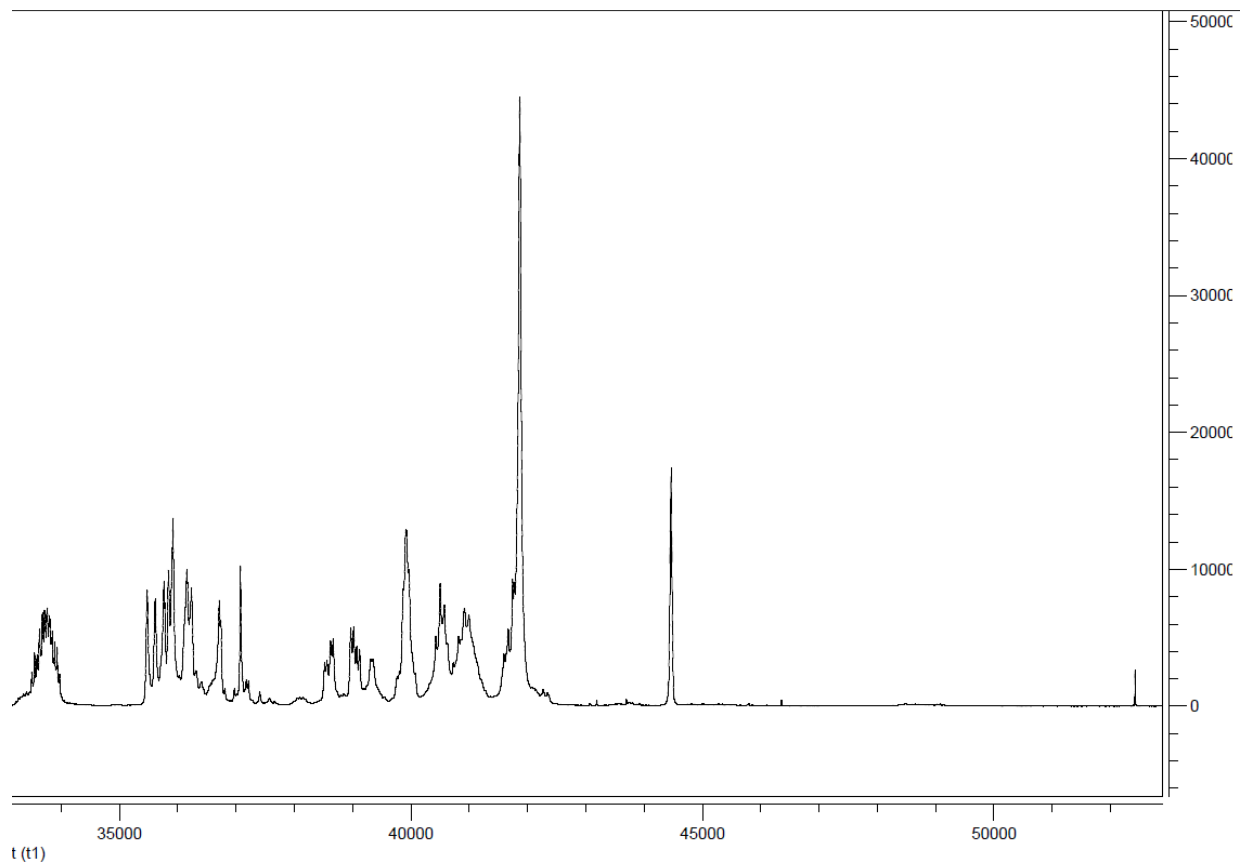
que les groupes allyles sont effectivement fixés en positions 2 et 6 des unités glucose de la β -CD, sans que la position 3 soit substituée. La présentation CPK (Corey, Pauling et Koltun) avait également démontré qu'à l'état cristallin, la cavité de la β -cyclodextrine n'est pas occupée par les bras allyles fixés, ce qui permettrait à cette β -cyclodextrine d'inclure des molécules invitées dans la cavité (Figure ci-dessous).



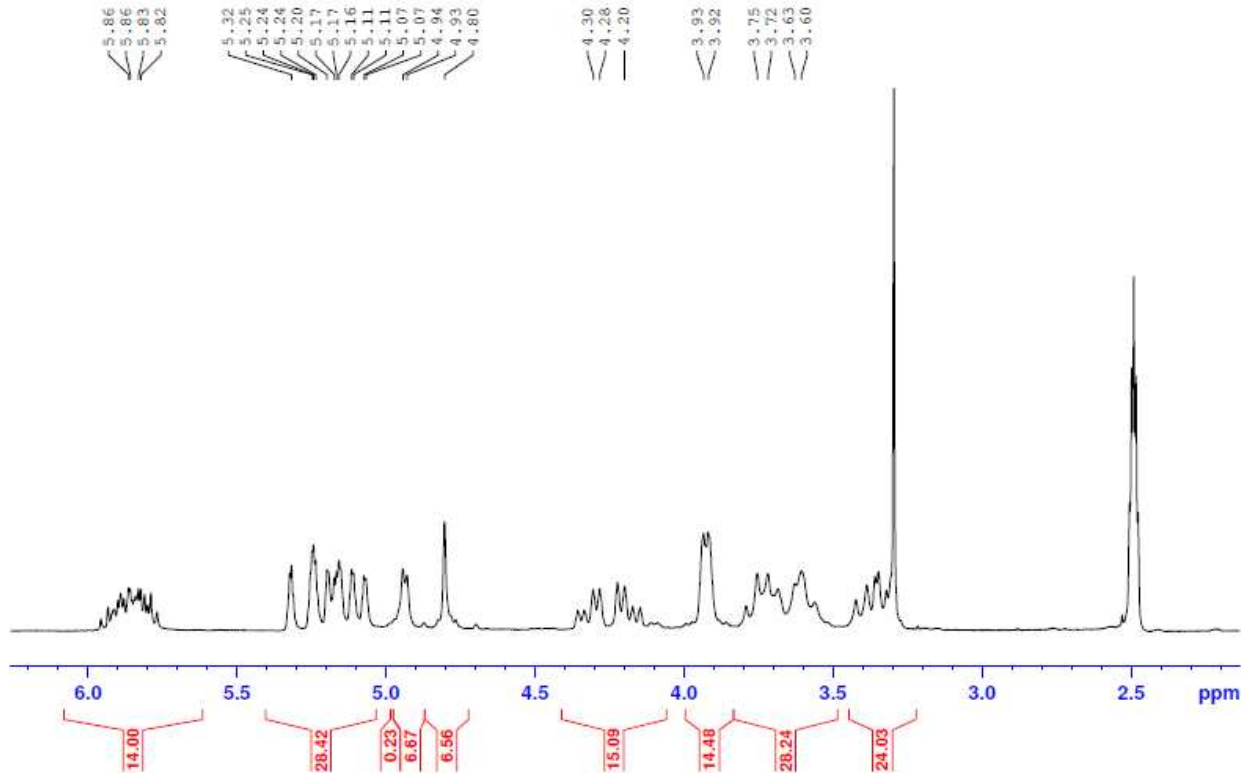
Structure X (à gauche) et représentation CPK (à droite) de la tétradécakis-(2,6-di-O-allyl)- β -cyclodextrine

Annexe AA. SPECTRES RMN ^1H DES β -CYCLODEXTRINES

Annexe AA.1. β -cyclodextrine initiale



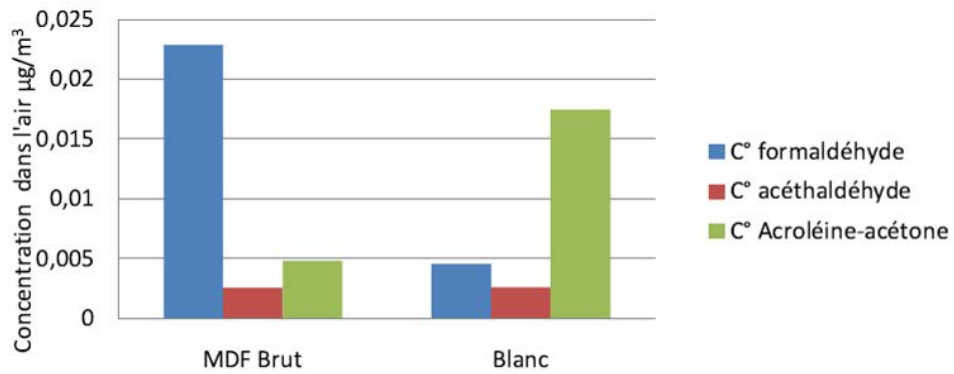
Annexe AA.2. β -cyclodextrine modifiée par des groupements allyles



Annexe BB. ÉMISSIONS DE POLLUANTS PAR LE MDF ET LES FINITIONS

Annexe BB.1. Comparatif des émissions en aldéhydes entre le blanc et le MDF brut

Emissions du MDF brut à 7 jours / Blanc



Annexe BB.2. Tableaux récapitulatifs de la quantification des émissions en COV du MDF brut

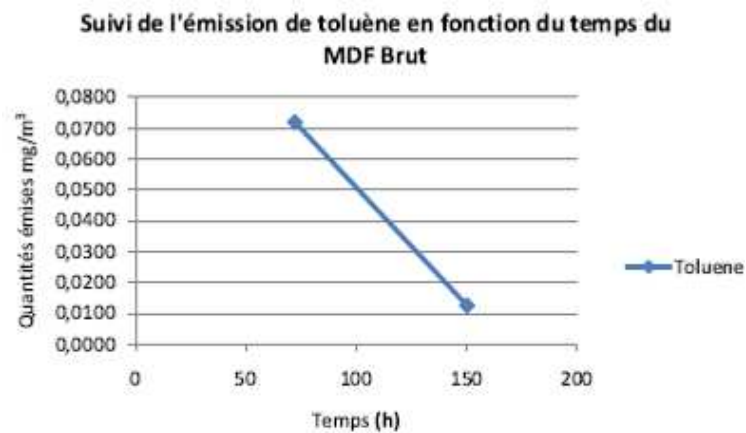
	Brut Jour 3	Brut Jour 7
	Proportion (mg/m³)	Proportion (mg/m³)
Toluene	0,0719	0,0124
Ethylbenzene	0,0635	0,0075
m-xylene	0,2288	0,0273
o-xylene	0,0721	0,0057
1,2,3-triméthylbenzene	0,3028	0,0037
Naphtalène	0,0150	0,00050
	Proportion équivalent toluene (mg/m³)	Proportion équivalent toluene (mg/m³)
Acetone	1,8508	Négligeable
Methylene Chloride	6,2488	Négligeable
Acide Acétique	0,6737	Négligeable
Toluene	0,0719	Négligeable
Hexanal	0,0823	Négligeable
Alpha Pinene	0,2734	Négligeable
1ethyl 2methyl benzene	0,1429	Négligeable
1,2,3-triméthylbenzene	0,2971	Négligeable
Tetradecane	0,0964	Négligeable
Nonadécane	0,0841	Négligeable
Squalene	0,0730	Négligeable
1,2,4,5-tetramethylbenzene	0,0096	Négligeable
o-cymene	0,0145	Négligeable
m-cymene	0,0064	Négligeable
Benzene	0,1347	Négligeable

	Brut Jour 3	Brut Jour 7
	Emissions (µg/m²/h)	Emissions (µg/m²/h)
Toluene	1,630	0,283
Ethylbenzene	1,438	0,172
m-xylene	5,187	0,620
o-xylene	1,635	0,130
1,2,3-triméthylbenzene	6,862	0,085
Naphtalène	0,341	0,011
	Emissions en équivalent toluène(µg/m²/h)	Emissions en équivalent toluène(µg/m²/h)
Acetone	41,951	Négligeable
Methylene Chloride	141,640	Négligeable
Acide Acétique	15,271	Négligeable
Toluene	1,630	Négligeable
Hexanal	1,865	Négligeable
Alpha Pinene	6,198	Négligeable
1ethyl 2methyl benzene	3,239	Négligeable
1,2,3-triméthylbenzene	6,735	Négligeable
Tetradecane	2,186	Négligeable
Nonadécane	1,907	Négligeable
Squalene	1,654	Négligeable
1,2,4,5-tetramethylbenzene	0,218	Négligeable
o-cymene	0,329	Négligeable
m-cymene	0,146	Négligeable
Benzene	3,054	Négligeable

ANNEXES

Remarque : Les xylènes et les cymènes sont des pollutions parasites de panneaux émanants testés dans l'enceinte précédemment à nos essais car le MDF n'a pas de raison d'en émettre.

Annexe BB.3. Evolution de la concentration en toluène au cours du temps pour le MDF brut



Annexe BB.4. Quantification des émissions en aldéhydes des différents systèmes MDF-finition

SYSTEME (MDF + FINITION EN PHASE SOLVANT)

C en [µg.m ⁻³]	Formaldéhyde	Acétaldéhyde	Acroléine-acétone	2-butanone
1h			258,74	356,92
3 jours		3,83	37,52	94,04
7 jours	1,42	2,15	64,35	55,70

SYSTEME (MDF + FINITION HYDROSOLUBLE)

C en [µg.m ⁻³]	Formaldéhyde	Acétaldéhyde	Acroléine-acétone	Propionaldéhyde	2-butanone
1h	9,66	14,90	127,30	19,34	119,21
3 jours	2,49	2,67	8,89	2,20	19,29
7 jours	2,40	2,58	8,60	2,13	18,65

SYSTEME (MDF + FINITION Poudre)

Nombre de jours	Formaldéhyde	Acétaldéhyde	Acrolein-acétone	Propionaldéhyde
1h	2,97	3,38	9,55	0,40
3 jours	3,31	5,23	7,60	1,71
7 jours	2,96	3,29	6,43	1,53

Annexe BB.5. Valeurs seuil de l'INERIS pour les polluants

Substance présentes dans les finitions	Risques	VLE (ppm)	VLE (mg/m ³)	VME (ppm)	VME (mg/m ³)
2-butoxyéthanol (2-méthoxyléthylethoxy)- propanol	Nocif	30	147,6	2	9,8
	-	-	-	50	308
4-hydroxy-4-méthylpentane- 2-one	Irritant	-	-	50	240
Acétate de 2-méthoxy-1- méthyléthyle	Irritant	100	550	-	-
Acétate de n-butyle	-	200	940	150	710
Butanone	-	300	900	200	600
Diisocyanate d'hexaméthylène Ethylbenzène	Toxique	0,02	0,15	0,01	0,075
	Facilement inflammable, nocif	100	442	20	88,4
Méthacrylate de méthyle	Facilement inflammable, irritant	200	820	100	410
Propane-2-ol	Facilement inflammable, irritant	400	980	-	-
Toluène	Facilement inflammable, nocif	100	384	50	192
Xylène	Nocif	100	442	50	221
Acroléine	Dangereux pour l'environnement	0,1	0,25	-	-
Acétaldéhyde	-	-	-	100	180
Acétone	Facilement inflammable, irritant	1000	2420	500	1210
(E)-crotonaldéhyde	-	-	-	2	6
Formaldéhyde	Toxique	1	1,2	0,5	0,6

Annexe BB.6. COV entrant dans la composition des finitions liquides

Milesi BICOUCHE PU SATINE MAT PJ	LUA433	
Acétate de N-butyle	Xn F	Vernis, catalyseur, diluant
Toluène	Xn F	Vernis, diluant
Xylène	Xn	Vernis, catalyseur
Ethylbenzène	Xn F	Vernis, catalyseur
Propane-2-ol	Xi F	Vernis, diluant
Méthyléthylcétone	Xi F	Vernis, catalyseur
Acétate d'éthyle	Xi F	Vernis, catalyseur
Méthacrylate de méthyle	Xi F	Vernis
Diacétone-alcool	Xi	Diluant
Polyisocyanate aliphatique	Xi	Catalyseur
Diisocyanate d'hexaméthylène	T	Catalyseur
Acétate de 2-méthoxy-1-méthyléthyle		Catalyseur

Milesi BICOUCHE A L'EAU 10G	HEC75	
2-Butoxyéthanol	Xn	Vernis
1-(2-Buto-propoxy)-2-propanol		Vernis

Annexe BB.7. Résultats des analyses GC-MS de la finition en phase solvant

Solvant	Jour 1		Jour 3		Jour 7	
	Proportion (mg/m3)		Proportion (mg/m3)		Proportion (mg/m3)	
Toluène	394,584		31,168		153,152	
Ethylbenzène	428,774		12,819		57,521	
m-xylène	1352,521		40,658		183,528	
o-xylène	301,233		9,039		39,924	
	Proportion équivalent toluène (mg/m3)		Proportion équivalent toluène (mg/m3)		Proportion équivalent toluène (mg/m3)	
Acétone	194,414		79,556		778,090	
Méthylène Chloride	25,406		75,078		821,665	
2-Butanone	40,621		Négligeable		19,208	
Toluène	394,584		31,168		153,152	
Acetic acid, 2-methylpropyl ester	619,268		213,562		1202,232	
Acetic Acid butyl ester	161,325		223,311		1111,760	
2-Pentanone, 4-hydroxy-4-methyl	119,480		Pas de données		Pas de données	
Éthylbenzène	273,160		Pas de données		Pas de données	
1,3-diméthylbenzène	763,772		Pas de données		Pas de données	
p-xylène	328,095		Pas de données		Pas de données	
Decanedioic dibutyl ester	Pas de données		6,721		Négligeable	
Squalène	Pas de données		6,787		20,699	
1,2,3-triméthylbenzène	0,812		0,225		0,610	
1,2,4,5-tetraméthylbenzène	1,199		0,714		0,511	
o-cymène	Négligeable		0,019		Négligeable	
m-cymène	Négligeable		0,005		Négligeable	
Naphtalène	0,082		0,022		Négligeable	
Benzène	4,049		3,380		24,216	

Solvant	Jour 1		Jour 3		Jour 7	
	Emissions (mg/m ³ /h)	Emissions (mg/m ³ /h)	Emissions (mg/m ³ /h)	Emissions (mg/m ³ /h)	Emissions (mg/m ³ /h)	Emissions (mg/m ³ /h)
Toluène	8,944	0,706	0,706	0,706	3,471	3,471
Éthylbenzène	9,719	0,291	0,291	0,291	1,304	1,304
m-xylène	30,657	0,922	0,922	0,922	4,160	4,160
o-xylène	6,828	0,205	0,205	0,205	0,905	0,905
	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)	Emissions en toluène équivalent (mg/m³/h)
Acétone	4,407	1,803	1,803	1,803	17,637	17,637
Méthylène Chloride	0,576	1,702	1,702	1,702	18,624	18,624
2-Butanone	0,921	Négligeable	Négligeable	Négligeable	0,435	0,435
Toluène	8,944	0,706	0,706	0,706	3,471	3,471
Acetic acid, 2-methylpropyl ester	14,037	4,841	4,841	4,841	27,251	27,251
Acetic Acid butyl ester	3,657	5,062	5,062	5,062	25,200	25,200
2-Pentanone, 4-hydroxy-4-methyl	2,708	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Éthylbenzène	6,192	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
1,3-di methylbenzene	17,312	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
p-xylène	7,437	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Decanedioic dibutyl ester	Négligeable	0,152	0,152	0,152	Négligeable	Négligeable
Squalene	Négligeable	0,154	0,154	0,154	0,469	0,469
1,2,3-triméthylbenzene	0,018	0,005	0,005	0,005	0,014	0,014
1,2,4,5-tetraméthylbenzene	0,027	0,016	0,016	0,016	0,012	0,012
o-cymène	Négligeable	0,000	0,000	0,000	Négligeable	Négligeable
m-cymène	Négligeable	0,000	0,000	0,000	Négligeable	Négligeable
Naphtalène	0,002	0,000	0,000	0,000	Négligeable	Négligeable
Benzène	0,092	0,077	0,077	0,077	0,549	0,549

Annexe BB.8. Résultats des analyses GC-MS de la finition en phase aqueuse

Composés	Jour 1 - court		Jour 1 long		Jour 3		Jour 7	
	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion (mg/m3)
Toluene	1,234	0,892	0,892	0,188	0,075	0,188	0,188	0,188
Ethylbenzene	0,682	0,122	0,122	0,159	0,018	0,159	0,159	0,159
m-xylene	2,394	0,520	0,520	0,594	0,089	0,594	0,594	0,594
o-xylene	0,519	0,109	0,109	0,137	0,019	0,137	0,137	0,137
1,2,3-triméthylbenzene	0,224	0,080	0,080	0,164	0,023	0,164	0,164	0,164
Naphtalène	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Composés	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)
Acetone	3,381	1,290	1,290	0,148	0,074	0,148	0,148	0,148
Methylene Chloride	4,500	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
2-Butanone	0,830	1,374	1,374	0,068	0,031	0,068	0,068	0,068
Acide Acétique	2,779	2,954	2,954	0,019	0,102	0,019	0,019	0,019
Toluène	1,234	0,892	0,892	0,188	0,075	0,188	0,188	0,188
2-méthylpropyl esther acétique	3,851	6,565	6,565	0,907	0,531	0,907	0,907	0,907
Butylester acide acétique	4,100	6,361	6,361	0,950	0,567	0,950	0,950	0,950
2-butoxy-ethanol	79,330	109,811	109,811	8,938	6,435	8,938	8,938	8,938
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	230,108	309,792	309,792	32,730	20,810	32,730	32,730	32,730
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	291,249	200,632	200,632	60,152	32,351	60,152	60,152	60,152
M-pyrol	40,868	41,471	41,471	7,852	6,826	7,852	7,852	7,852
Decanedioic acid, dibutyl ester	10,283	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Eicosane	1,115	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Pentacosane	2,837	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Tetracosane	5,007	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Idem	0,652	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Squalene	3,696	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Hexatriacontane	2,287	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces	Traces
Benzene	1,538	0,757	0,757	0,211	0,057	0,211	0,211	0,211
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	1,248	0,856	0,856	0,103	0,040	0,103	0,103	0,103
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	1,821	0,548	0,548	0,054	0,098	0,054	0,054	0,054
1,2,4,5-tetramethylbenzene	0,048	0,033	0,033	0,019	0,010	0,019	0,019	0,019

	Jour 1 - court	Jour 1 long	Jour 3	Jour 7
<u>Composés</u>	<u>Emissions (µg/m³/h)</u>	<u>Emissions (µg/m³/h)</u>	<u>Emissions (µg/m³/h)</u>	<u>Emissions (µg/m³/h)</u>
Toluene	27,962	20,211	1,694	4,266
Ethylbenzene	15,449	2,762	0,417	3,593
m-xylene	54,258	11,784	2,006	13,470
o-xylene	11,767	2,470	0,427	3,109
1,2,3-triméthylbenzene	5,081	1,810	0,522	3,710
Naphtalène	Négligeable	Négligeable	Négligeable	Négligeable
<u>Composés</u>	<u>Emissions en équivalent toluène(µg/m³/h)</u>	<u>Emissions en équivalent toluène(µg/m³/h)</u>	<u>Emissions en équivalent toluène(µg/m³/h)</u>	<u>Emissions en équivalent toluène(µg/m³/h)</u>
Acetone	76,639	29,234	1,670	3,364
Methylene Chloride	101,994	Négligeable	Négligeable	Négligeable
2-Butanone	18,806	31,134	0,695	1,550
Acide Acétique	62,985	66,966	2,301	0,429
Toluène	27,962	20,211	1,694	4,266
2-methylpropyl ester acide acétique	87,280	148,797	12,036	20,564
Butylester acide acétique	92,933	144,186	12,855	21,533
2-butoxy-ethanol	1798,149	2489,051	145,852	202,593
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	5215,789	7021,946	471,691	741,889
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	6601,653	4547,651	733,295	1363,450
M-pyrol	926,344	940,015	154,723	177,969
Decanedioic acid, dibutyl ester	233,070	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Eicosane	25,277	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Pentacosane	64,306	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Tetracosane	113,488	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Idem	14,778	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Squalene	83,768	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Hexatriacontane	51,842	Négligeable	Négligeable	Négligeable
Benzene	34,867	17,166	1,285	4,780
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	28,299	19,409	0,915	2,341
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	41,276	12,414	2,213	1,219
1,2,4,5-tetramethylbenzene	1,089	0,741	0,224	0,429

Annexe BB.9. Résultats des analyses GC-MS de la finition poudre

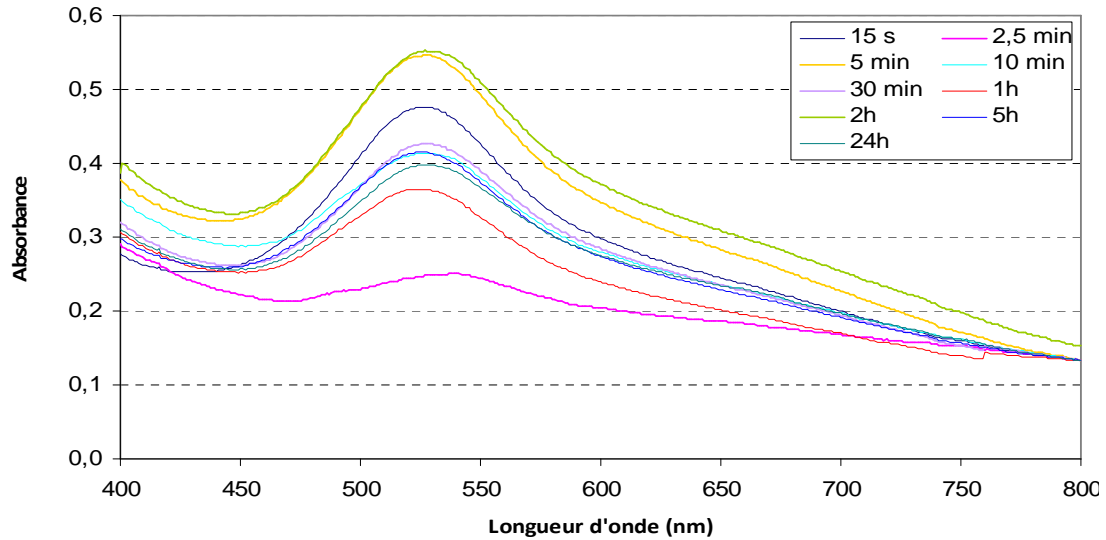
Composés	Jour 1		Jour 3		Jour 7	
	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)
Toluene	0,257	0,375	0,375	0,302	0,302	0,302
Ethylbenzene	0,335	0,530	0,530	0,468	0,468	0,468
m-xylene	1,242	2,058	2,058	1,696	1,696	1,696
o-xylene	0,262	0,436	0,436	0,360	0,360	0,360
Naphtalène	0,026	0,051	0,051	0,033	0,033	0,033
Composés	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)	Proportion (mg/m3)	Proportion équivalent toluene (mg/m3)
Acetaldehyde	0,244	0,553	0,553	0,467	0,467	0,467
Acetic acid, hydrazide	0,281	0,320	0,320	0,635	0,635	0,635
Methylene chloride	0,173	0,756	0,756	0,847	0,847	0,847
2-Butanone	0,128	0,263	0,263	0,000	0,000	0,000
Benzene	0,385	0,777	0,777	0,632	0,632	0,632
Toluene	0,257	0,375	0,375	0,302	0,302	0,302
Acetic acid, 2 methylpropylester	1,400	1,557	1,557	1,908	1,908	1,908
Hexanal	0,336	0,415	0,415	0,504	0,504	0,504
Acetic acid, butyl ester	1,405	1,844	1,844	1,908	1,908	1,908
alpha Pinene	0,847	0,889	0,889	0,724	0,724	0,724
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	1,254	0,305	0,305	0,952	0,952	0,952
IDEM	1,703			1,062	1,062	1,062
Alpha Pinene	0,853	1,156	1,156	0,920	0,920	0,920
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	2,963	0,305	0,305	2,420	2,420	2,420
1-methyl-2-Pyrrolidinone	1,232	1,395	1,395	1,206	1,206	1,206
Undecane	0,226	0,373	0,373	0,337	0,337	0,337
Nonanal	0,308	0,540	0,540	0,561	0,561	0,561
Cyclopentasiloxane, deca methyl	0,636	0,922	0,922	0,615	0,615	0,615
Dodecane	0,275	0,464	0,464	0,393	0,393	0,393
Dipropylene glycol	1,454	1,800	1,800	1,235	1,235	1,235
Idem	2,191	2,980	2,980	1,823	1,823	1,823
Cyclohexaioxane, dodecamethyle	0,136	0,141	0,141	0,137	0,137	0,137
2,6-di methylheptadecane	0,170	0,159	0,159	0,190	0,190	0,190
Tetra decane	0,254	0,419	0,419	0,300	0,300	0,300
(+) Longifolene	0,147	0,149	0,149	0,197	0,197	0,197
Pentadecane	0,230	0,470	0,470	0,327	0,327	0,327
Hexadecane	0,194	0,401	0,401	0,302	0,302	0,302
Docosane	0,318	0,338	0,338	0,458	0,458	0,458
Decane dioic acid, dibutylester	1,576	28,620	28,620	12,864	12,864	12,864

	Jour 1	Jour 3	Jour 7
	Emissions ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)	Emissions ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)	Emissions ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)
Toluene	0,582	0,851	0,685
Ethylbenzene	0,759	1,201	1,060
m-xylene	2,814	4,665	3,844
o-xylene	0,595	0,988	0,817
Naphtalène	0,059	0,116	0,074
	Emissions en équivalent toluène ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)	Emissions en équivalent toluène ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)	Emissions en équivalent toluène ($\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$)
Acetaldehyde	0,553	1,252	1,059
Acetic acid, hydrazyde	0,637	0,726	1,440
Methylene chloride	0,393	1,713	1,919
2-Butanone	0,290	0,597	0,000
Benzene	0,873	1,761	1,432
Toluene	0,582	0,851	0,685
Acetic acid, 2 methylpropylester	3,174	3,529	4,325
Hexanal	0,761	0,940	1,141
Acetic acid, butyl ester	3,184	4,181	4,325
alpha Pinene	1,921	2,015	1,641
2-propanol, 1-(2-methoxy-1-methylethoxy)-	2,843	0,690	2,158
IDEM	3,861	0,000	2,406
Alpha Pinene	1,934	2,619	2,086
2-propanol, 1-(2-methoxypropoxy)-	6,715	0,690	5,484
1-methyl-2-Pyrrolidinone	2,792	3,162	2,733
Undecane	0,513	0,845	0,763
Nonanal	0,698	1,223	1,271
Cyclopentasiloxane, deca methyl	1,441	2,089	1,393
Dodecane	0,623	1,051	0,891
Dipropylene glycol	3,296	4,080	2,799
Idem	4,967	6,754	4,133
Cyclohexailoxane, dodecamethyle	0,308	0,319	0,311
2,6-dimethylheptadecane	0,384	0,361	0,432
Tetra decane	0,575	0,949	0,679
(+) Longifolene	0,334	0,338	0,447
Pentadecane	0,521	1,065	0,741
Hexadecane	0,440	0,908	0,683
Docosane	0,721	0,765	1,039
Decanedioic acid, dibutylester	3,572	64,872	29,158

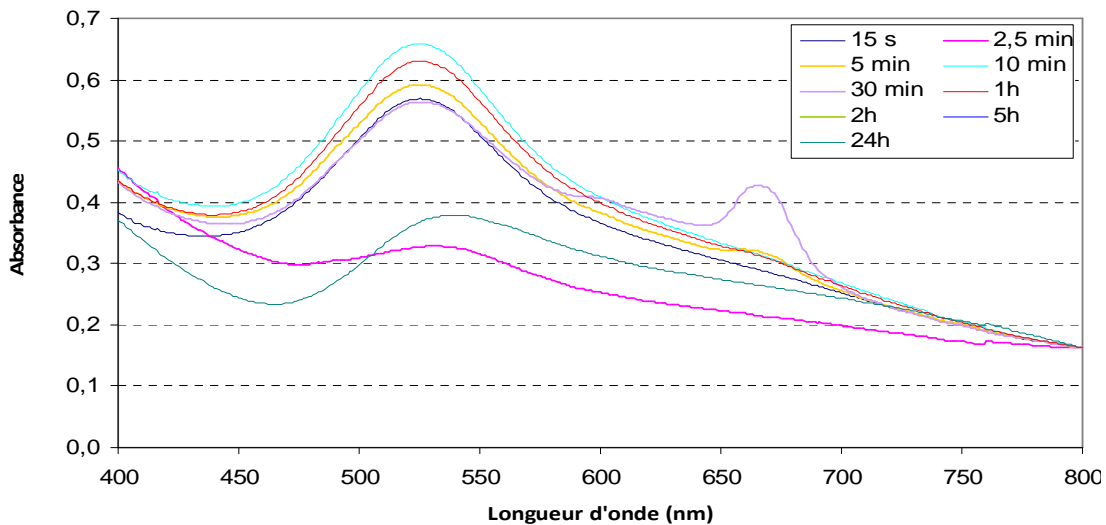
Annexe CC. DUREE DE VIE DES RADICAUX LIBRES APRES TRAITEMENT CORONA

Annexe CC.1. Premiers essais (temps de 15s à 24h)

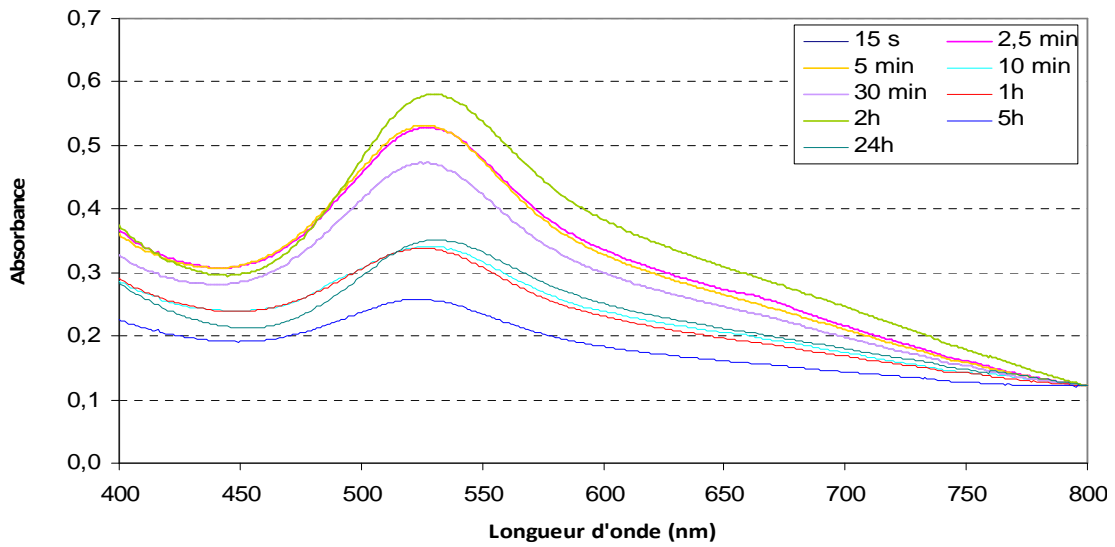
Spectres d'absorbance de la solution de DPPH pour des finitions poudres 700LB ayant subi un traitement corona de 10 min à 15kV et après un temps d'attente différent



Spectres d'absorbance de la solution de DPPH pour des finitions poudres 340UV ayant subi un traitement corona de 10 min à 15kV et après un temps d'attente différent

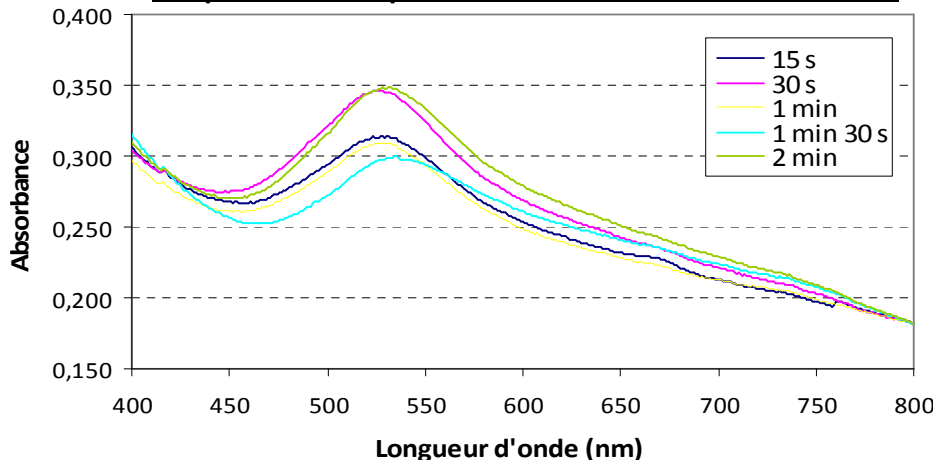


Spectres d'absorbance de la solution de DPPH pour des finitions poudres 640UV ayant subi un traitement corona de 10 min à 15kV et après un temps d'attente différent

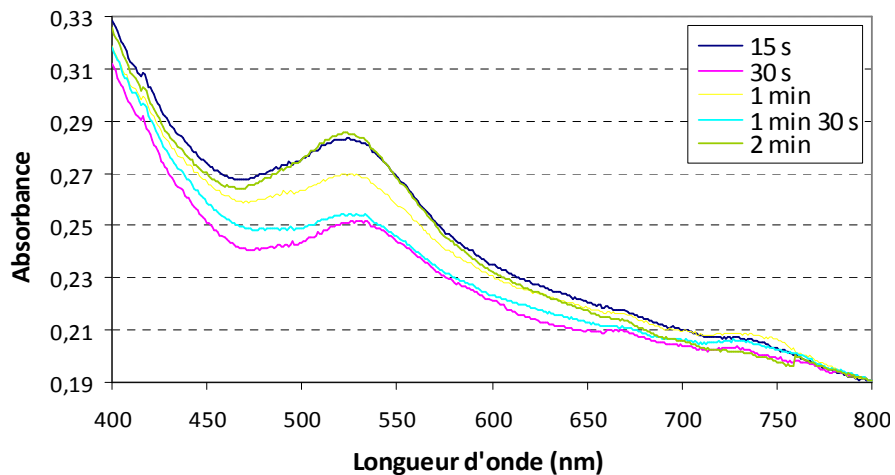


Annexe CC.2. Deuxièmes essais (temps de 15s à 2 minutes)

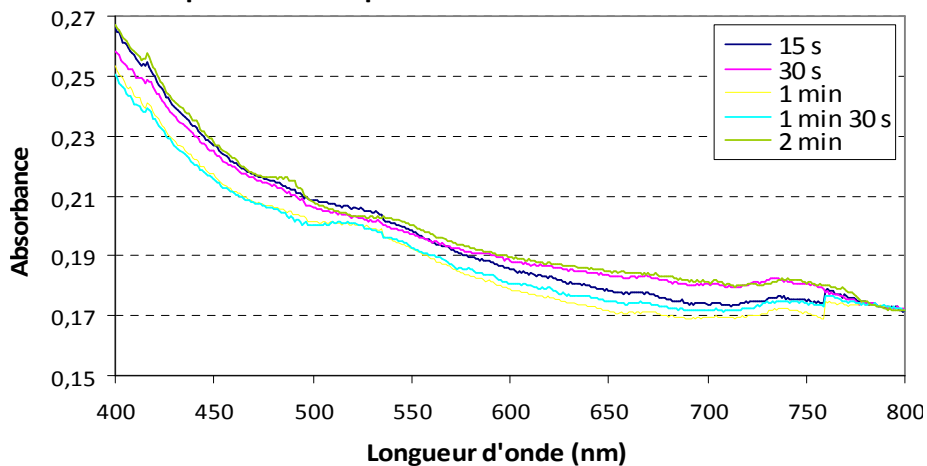
Evolution de l'absorbance de la DPPH. en fonction du temps d'attente après traitement corona- Poudre 700LB



Evolution de l'absorbance de la DPPH. en fonction du temps d'attente après traitement corona- Poudre 340UV



Evolution de l'absorbance de la DPPH. en fonction du temps d'attente après traitement corona- Poudre 640UV



Annexe DD. EFFET DU LAVAGE DES SURFACES SUR LE GREFFAGE DES ADSORBANTS – ANALYSE XPS

Les différents essais effectués :

2: finition poudre + corona	influence
3: finition poudre + corona + éthanol + étuve	éthanol
5: finition poudre + corona + sol Cdmodifiée + étuve	influence
6: finition poudre + corona + sol Cdmodifiée + étuve + lavage	lavage
7: finition poudre + corona + sol Cd + étuve	influence
8: finition poudre + corona + sol Cd + étuve + lavage	lavage
9: finition poudre + corona + sol zéolite + étuve	influence
10: finition poudre + corona + sol zéolite + étuve + lavage	lavage
11: finition poudre + corona + sol TiO ₂ + étuve	influence
12: finition poudre + corona + sol TiO ₂ + étuve + lavage	lavage

Il s'agit de comparer dans les tableaux suivants les valeurs colorées en jaune pour interpréter.

Annexe DD.1. Influence de l'éthanol sur la chimie de surface

Echantillon	Pourcentage massique O			Pourcentage massique C (%)			Moyenne rapport O/C
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne	
sans éthanol (2)	27,87	31,37	29,62	66,45	68,63	67,54	0,44
avec éthanol (3)	27,14	26,70	26,92	76,86	72,03	74,45	0,36

Pic de l'oxygène O:

	sans éthanol			avec éthanol		
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne
O 1s: O-H, O=C	58,41	56,72	57,565	45,82	46,93	16,68
O 1s: O-C, H ₂ O	41,59	43,28	42,435	54,18	53,07	74,26

Pic du carbone C:

	sans éthanol			avec éthanol		
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne
C 1s: C-(C, H)	50,43	50,63	50,53	67,17	66,37	66,77
C 1s: C-O	22,73	19,48	21,105	19	21,52	20,26
C 1s: C=O	14,43	16,29	15,36			
C 1s: O-C=O	12,41	13,6	13,005	13,83	12,11	12,97

Annexe DD.2. Effet du lavage sur le greffage de β -cyclodextrine

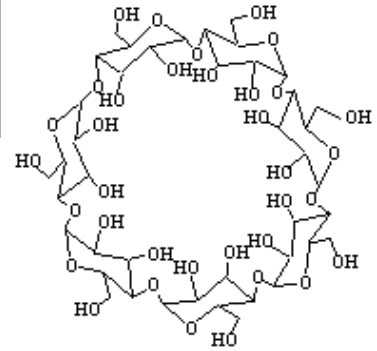
Echantillon	Pourcentage massique			Pourcentage massique			Moyenne rapport O/C
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne	
sans lavage (7)	26,40	31,27	28,84	72,27	68,73	70,50	0,41
avec lavage (8)	28,21	29,35	28,78	67,92	70,65	69,29	0,42

Pic de l'oxygène O:

	sans lavage			avec lavage		
	1	2	moyenne	1	2	moyenne
O 1s: O-H, O=C	43,14	41,92	42,53	16,6	27,07	21,835
O 1s: O-C, H ₂ O	56,86	58,08	57,47	73,58	52,35	62,965
O 1s: O				9,82	20,59	15,205

Pic du carbone C:

	sans lavage			avec lavage		
	1	2	moyenne	1	2	moyenne
C 1s: C-(C, H)	62,29	57,98	60,135	57,22	60,85	59,035
C 1s: C-O	26,43	28,13	27,28	29,09	26,05	27,57
C 1s: C=O				6	4,48	5,24
C 1s: O-C=O	11,28	13,89	12,585	7,69	8,62	8,155

Annexe DD.3. Effet du lavage sur le greffage de la tétradécakis-(2,6-O-allyl)- β -cyclodextrine

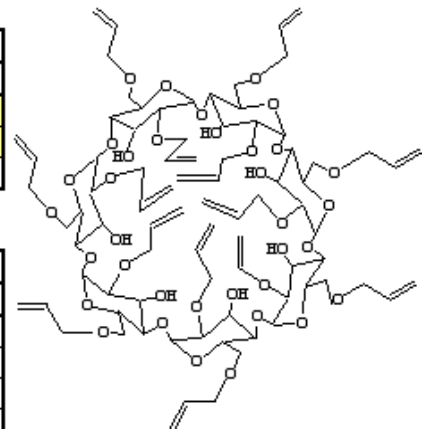
Echantillon	Pourcentage massique O			Pourcentage massique C			Moyenne rapport O/C
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne	
sans lavage (5)	29,73	30,13	29,93	67,98	69,87	68,93	0,43
avec lavage (6)	27,85	30,09	28,97	67,32	69,91	68,62	0,42

Pic de l'oxygène O:

	sans lavage			avec lavage		
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne
O 1s: O=C	3,35	2,37	47,18	18,82	14,54	16,68
O 1s: O-H, O-C	89,26	86,08	87,67	74,1	74,42	74,26
O 1s: H ₂ O	7,39	11,55	9,47	7,09	11,04	9,065

Pic du carbone C:

	sans lavage			avec lavage		
	1	2	Moyenne	1	2	Moyenne
C 1s: C-(C, H)	49,62	49,32	49,47	52,55	50,44	51,495
C 1s: C-O	36,03	38,37	37,2	35,28	36,72	36
C 1s: C=O	7,71	7,32	7,515	6,28	6,38	6,33
C 1s: O-C=O	6,64	4,99	5,815	5,87	6,45	6,16



ANNEXES

Annexe EE. ESSAIS DE D'ASSAINISSEMENT DE L'AIR PAR INCORPORATION D'ADSORBANTS DANS LA RESINE MODELE

Zéolite $C^{\circ}\text{formaldéhyde} = (\text{Aire formaldéhyde} + 1803,4)/3426,6$

n° échantillon	Désignation	Grammage (mg/cm ²)	Formaldéhyde			
			Aire	C° éluee (µg/L)	m non éluee (µg)	C° enceinte (µg/m ³)
0	0µg/m ³	0	176.97	577.940	115.588	23
2	324µg/m ³	0	588.19	697.948	139.590	28
27	170µg/m ³ +résine seule	0	9154.15	3197.791	639.558	128
28	170µg/m ³ +résine+ 5%m zéolite	7.25E-02	9005.83	3154.506	630.901	126
29	170µg/m ³ +résine+ 10%m zéolite	4.32E-01	1839.03	1062.987	212.597	43
30	170µg/m ³ +résine+ 2%m zéolite	4.42E-02	2803.44	1344.435	268.887	54
33	170µg/m ³ +résine+ 1% zéolite	2.17E-02	2821.53	1349.714	269.943	54

β-CD $C^{\circ}\text{formaldéhyde} = (\text{Aire formaldéhyde} + 1803,4)/3426,6$

n° échantillon	Désignation	Formaldéhyde			
		Aire	C° éluee (µg/L)	m non éluee (µg)	C° enceinte (µg/m ³)
0	0µg/m ³	176,97	577,940	115,588	23
2	324µg/m ³	588,19	697,948	139,590	28
27	170µg/m ³ +résine seule	9154,15	3197,791	639,558	128
32	170µg/m ³ +résine+ 5%m β-CD	165,14	574,488	114,898	23
33	170µg/m ³ +résine+ 10%m β-CD	131	564,525	112,905	23
34	170µg/m ³ +résine+ 2%m β-CD	4165,75	1742,004	348,401	70
35	170µg/m ³ +résine+ 1% β-CD	4907,71	1958,533	391,707	78

Annexe FF. ESSAIS DE D'ASSAINISSEMENT DE L'AIR PAR GREFFAGE D'ADSORBANTS SUR LE FEUIL DE FINITION POUDRE

Zéolite $C^{\circ}\text{formaldéhyde} = (\text{Aire formaldéhyde} + 1803,4)/3426,6$

n° échantillon	Désignation	Grammage zéolite (mg/cm ²)	Formaldéhyde				
			Aire	C° éluee (µg/l)	m non éluee (µg)	C° enceinte (µg/m ³)	
0	0µg/m ³	0	106,97	557,512	111,502	223	222
34	0µg/m ³ (2)	0	92,5	553,289	110,658	221	
2	formaldéhyde 324µg/m ³	0	785,425	755,508	151,102	302	301
32	formaldéhyde 324µg/m ³	0	765,955	749,826	149,965	300	
5	324µg/m ³ +finition seule	0	619,945	707,216	141,443	283	282
6	324µg/m ³ +finition seule	0	606,085	703,171	140,634	281	
4	324µg/m ³ +finition+ 2,8mg/cm ² zéolite	2,79	444,245	655,940	131,188	262	
7	324µg/m ³ +finition+ 3,3mg/cm ² zéolite	3,33	157,725	572,324	114,465	229	
8	324µg/m ³ +finition+ 1,7mg/cm ² zéolite	1,75	150,245	570,141	114,028	228	
10	324µg/m ³ +finition+ 1,9mg/cm ² zéolite	1,85	125,735	562,988	112,598	225	
9	324µg/m ³ +finition+ 1mg/cm ² zéolite	0,98	233,515	594,442	118,888	238	232
13	324µg/m ³ +finition+ 1mg/cm ² zéolite	1,04	135,025	565,699	113,140	226	
39	324µg/m ³ +finition+ 3,5mg/cm ² zéolite	3,50	189,775	581,677	116,335	233	

ANNEXES

β-CD C°formaldéhyde = (Aire formaldéhyde + 1803,4)/3426,6

n° échantillon	Désignation	Grammage β-CD (mg/cm²)	Formaldéhyde				
			Aire	C° éluee (µg/L)	m non éluee (µg)	C° enceinte (µg/m³)	
0	0µg/m³	0	106,97	557,512	111,502	223	222
34	0µg/m³ (2)	0	92,5	553,289	110,658	221	
2	324µg/m³	0	785,425	755,508	151,102	302	301
32	324µg/m³ (2)	0	765,955	749,826	149,965	300	
5	324µg/m³+finition seule	0	619,945	707,216	141,443	283	282
6	324µg/m³+finition seule	0	606,085	703,171	140,634	281	
15	324µg/m3+finition+ 2,2mg/cm² CD	2,21	122,205	561,958	112,392	225	224
20	324µg/m3+finition+ 2,2mg/cm² CD	2,17	102,425	556,185	111,237	222	
16	324µg/m3+finition+ 2,1mg/cm² CD	2,07	767,295	750,217	150,043	300	
19	324µg/m3+finition+ 1,7mg/cm² CD	1,62	1121,775	853,667	170,733	341	
17	324µg/m3+finition+ 0,6mg/cm² CD	0,56	1165,015	866,286	173,257	347	
18	324µg/m3+finition+ 0,8mg/cm² CD	0,77	976,185	811,179	162,236	324	
40	324µg/m3+finition+ 2,4mg/m² CD	2,37	152,825	570,894	114,179	228	

β-CD acrylatée C°formaldéhyde = (Aire formaldéhyde + 1803,4)/3426,6

n° échantillon	Désignation	Grammage β-CDacryl. (mg/cm²)	Formaldéhyde				
			Aire	C° éluee (µg/L)	m non éluee (µg)	C° enceinte (µg/m³)	
0	0µg/m³	0	106,97	557,512	111,502	223	222
34	0µg/m³ (2)	0	92,5	553,289	110,658	221	
2	324µg/m³	0	785,425	755,508	151,102	302	301
32	324µg/m³	0	765,955	749,826	149,965	300	
5	324µg/m³+finition seule	0	619,945	707,216	141,443	283	282
6	324µg/m³+finition seule	0	606,085	703,171	140,634	281	
21	324µg/m3+finition+ 1,7mg/cm² CDacr.	1,69	252,615	600,016	120,003	240	
22	324µg/m3+finition+ 1,4mg/cm² CDacr.	1,39	917,645	794,095	158,819	318	
23	324µg/m3+finition+ 1,4mg/cm² CDacr.	1,41	755,555	746,791	149,358	299	314
24	324µg/m3+finition+1,4mg/cm² CDacr.	1,40	974,645	810,729	162,146	324	
25	324µg/m3+finition+ 0,6mg/cm² CDacr.	0,58	646,925	715,089	143,018	286	
26	324µg/m3+finition+ 0,8mg/cm² CDacr.	0,79	983,135	813,207	162,641	325	
41	324µg/m3+finition+ 1,25mg/m² Cdacr.	1,25	648,395	715,518	143,104	286	