

**BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR****PEINTURES, ENCRE ET ADHÉSIFS****U.51 FABRICATION****Dominante adhésifs**

Durée : 5 h 00

Coefficient : 1

*La clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.*

**Matériel autorisé :****Calculatrice conformément à la circulaire n°99-146 du 16/11/1999**

*Sont autorisées toutes les calculatrices de poche, y compris les calculatrices programmables, alphanumériques ou à écran graphique à condition que leur fonctionnement soit autonome et qu'il ne soit pas fait usage d'imprimantes.*

*Le candidat n'utilise qu'une seule machine sur la table. Toutefois, si celle-ci vient à connaître une défaillance, il peut la remplacer par une autre.*

*Afin de prévenir les risques de fraude, sont interdits les échanges de machines entre les candidats, la consultation des notices fournies par les constructeurs ainsi que les échanges d'informations par l'intermédiaire des fonctions de transmission des calculatrices.*

**Tout autre matériel est interdit**

*Dès que le sujet vous est remis, assurez-vous qu'il est complet.*

*Ce sujet comporte 6 pages numérotées de 1/6 à 6/6.*

**A – Fabrication et application d'un adhésif base APAO (12 points)**

La formule d'un adhésif thermofusible utilisé pour le collage des élastiques en caoutchouc appelés laminettes sur un film de « Non-tissé » ou de Polyéthylène, pour la fabrication des couches-culottes pour bébés est donnée ci-dessous :

Matières Premières	Rôle	Masse en g
Vestoplast 750	Liant base APAO	15
Vestoplast 708	Liant base APAO	35
Escorez 5300	Résine tackifiante type hydrocarbure (cycloaliphatique)	30
Indopol H 100	Plastifiant	20
Irganox 1010	Anti-oxydant	0,3

**Les fiches techniques sont données en annexe (annexe 1 à annexe 4)**

1. Donner les principales caractéristiques du cahier des charges (4 points).
2. Fabriquer environ 300 g de cet adhésif, et rendre un échantillon de l'adhésif fabriqué (2 points).
3. Établir la fiche de fabrication de cet adhésif (1 point).
4. Effectuer trois contrôles immédiats sur l'adhésif fabriqué, et rendre les résultats suite aux contrôles effectués accompagnés des conditions opératoires (3 points).
5. Effectuer deux applications sur les supports appropriés et mis à disposition (Laminette/ Film polyéthylène et Laminette/ Non-tissé) (2 points).

**B – Fabrication, application d'un adhésif base alcool polyvinylique (8 points)**

On dispose de deux liants poly(alcool vinylique) sous forme de pastilles ayant un degré d'hydrolyse d'environ 88 % notés PVOH A et B. La viscosité à 20°C d'une solution à 4 % dans l'eau est de 4 cPo (ou 4 mPa.s) pour PVOH A (solution A) et de 26 cPo (ou 26 mPa.s) pour PVOH B (solution B).

1. Rappeler la définition du degré d'hydrolyse(1 point).
2. On veut obtenir une solution à 4 % dans l'eau possédant une viscosité de 21 cPo (ou 21 mPa.s) à partir des solutions A et B. En supposant que le mélange est idéal (la viscosité du mélange est proportionnelle à celle de ses constituants), déterminer la masse de PVOH A et B sous forme de pastilles pour avoir 100 g d'une solution à 4 % dans l'eau de 21 cPo. Détailler le calcul (2 points).

3. Fabriquer 200 g du mélange à partir des liants sous forme de pastilles. Rendre un échantillon et expliquer la démarche expérimentale. Cette solution sera notée par la suite adhésif X (2 points).

4. Mesurer la viscosité Brookfield de l'adhésif X. Donner le résultat accompagné des conditions opératoires, comparer avec la valeur attendue puis conclure sur la valeur mesurée (2 points).

5. Parmi les deux utilisations suivantes :

- colle de gommage (réhumidifiable)

- colle de structure pour la fabrication de tubes spiralés en carton

laquelle faut-il choisir pour l'adhésif X ? Justifier la réponse (1 point).

Product Range VESTOPLAST

	Melt viscosity at 190 °C DIN 53 018, modified mPa s	Softening point (ring & ball) DIN EN 1457, modified °C	Needle penetration (100/25/0) DIN EN 1434, modified 47 mm	Thermal stability under load Dyewee method, shelter to 1993 08 [5 °C/h, weight 400 g] °C	Tier strength / Elongation at break DIN EN ISO 827-4, modified type II MPa (former Nirotec) / %	Shear modulus at 23°C DIN EN ISO 8721-4 MPa	Molecular weight M <sub>w</sub> /M <sub>n</sub> GPC 300 08 012, modified g/mol	Open time Dyewee method AA-02-05-0A-782-01 s max/min	Setting time Dyewee method AA-02-05-0A-782-01 s	Glass transition temperature T <sub>g</sub> DSC analysis, DIN EN 1265, modified Dyewee method AN-5AA-0603 °C	Density at 23 °C DIN 53 473 g/cm <sup>3</sup>	Shore hardness A DIN 53 505 —
<b>(1-) Butene-rich</b>												
408	8.000 ± 2.000	118 ± 4	5 ± 2	85 - 90	6.8 / 80	70	11.600 / 48.000	65 s	1	-27	0.90	94
520	22.000 ± 4.000	87 ± 4	14 ± 3	65 - 70	2.4 / 80	7	13.900 / 63.000	15 min	1	-29	0.88	76
<b>Propene-rich</b>												
703	2.700 ± 700	124 ± 6	12 ± 3	75 - 80	2.1 / 43	41	7.300 / 34.000	15 s	1	-28	0.87	87
708	8.000 ± 2.000	106 ± 4	19 ± 3	85 - 90	1.0 / 330	4	11.500 / 75.000	55 s	1	-33	0.87	67
751	50.000 ± 10.000	99 ± 4	25 ± 3	60 - 65	1.5 / 1.000	2	18.800 / 88.000	30 min	1	-33	0.87	43
828	25.000 ± 7.000	161 ± 4	22 ± 3	95 - 100	1.0 / 550	4	13.200 / 61.000	70 s	1	-35	0.87	55
891	115.000 ± 35.000	162 ± 4	22 ± 4	105 - 110	2.0 / 1.000	3	18.800 / 85.000	40 s	1	-33	0.86	n.d.
Share modified	200	98 ± 4	18 ± 3	n.d.	1.9 / 720	n.d.	10.800 / 36.000	approx. 20 s	approx. 1 s	-28	0.87	n.d.

n.d.: not determined

# ESCOREZ™

Tackifying resins

**ExxonMobil**  
Chemical

## Escorez 5300 Series

### EUROPE

#### Typical properties <sup>(1)</sup>

Property	ExxonMobil Test Method <sup>(2)</sup>	Unit	5360	5300	5320	5340
Softening Point	ETM-E-22-24	°C	88	106	126	139
Color						
- Initial <sup>(3)</sup>	ETM-E-13	YI	0.5	0.5	0.5	0.5
- Aged 5 hours at 175°C <sup>(3)</sup>	ETM-E-15	YI	2	2	2	2
Melt Viscosity (Brookfield)	ETM-E-31					
- Test Temperature		°C	160	160	175	180
- Viscosity		mPa·s	180	1000	2000	4500
Molecular Weight	ETM-E-83					
- Mw		g/mol	500	520	670	680
- Mn		g/mol	260	290	360	400
Tg	ETM-E-90	°C	36	56	72	89

- (1) Typical Properties are not product specifications, but are provided to aid formulators in the selection of products for evaluation. These data represent an approximation of the value one would expect if the property were tested in our laboratories.
- (2) ExxonMobil Test Methods, some of which were developed from ASTM test methods, are available upon request.
- (3) Solution color as determined by measurement of a 50% (by weight) product in Toluene mixture.

#### Handling precautions

For handling and safety information, consult the appropriate Material Safety Data Sheet.

#### Regulatory status

It is the responsibility of the user to ensure that the composition containing our product meets the limitations of relevant regulations. Please contact your ExxonMobil Chemical representative for detailed regulatory food-contact status information and/or actual compliance certification. This product is included in TSCA inventory and its CAS number is available on demand.

EUROPE - February 2006 - AS086 - 2.2

©2006 Exxon Mobil Corporation. To the extent the user is entitled to display and distribute the document, the user may forward, distribute, and/or photocopy this copyrighted document only if unaltered and complete, including all of its text, figures, drawings, and other information. You may not copy this document to a Web site. ExxonMobil does not guarantee the typical (or other) values. Typical values only represent the values one could expect if the property were tested in our laboratories with our test methods on the specified data. Some product properties are not frequently measured, and generally typical values are not based upon a statistically relevant number of tests. Analysis may be performed on representative samples and not the actual product shipped. The information in this document relates only to the named product or material when not in combination with any other product or material. We base the information on data believed to be reliable on the date prepared, but we do not warrant, express or otherwise, quantities, or otherwise, or liability, the merchantability, fitness for a particular purpose, reliability, accuracy, reliability, or non-infringement of the information or the products, materials, or processes described. The user is solely responsible for all determinations regarding any use and any process. We expressly disclaim liability for any loss, damage, or injury directly or indirectly suffered or incurred as a result of or related to anyone using or relying on any of the information in this document. There is no endorsement of any product or process, and we expressly disclaim any warranty implication. The terms "we", "our", "ExxonMobil Chemical", or "ExxonMobil" are used for convenience, and may include any one or more of ExxonMobil Chemical Company, Exxon Mobil Corporation, or any affiliates they directly or indirectly control. ExxonMobil, the ExxonMobil Emblem, the "Interlocking X" Device and Escorez are trademarks of Exxon Mobil Corporation.

# INEOS Oligomers

## Indopol Polybutene

Grade: H-100

### Sales Specifications and Typical Properties

SPECIFICATIONS PROPERTIES	METHOD/ASTM NUMBER (IF APPLICABLE)		
Viscosity (cSt)	Kinematic	D 445	
Min			200
Max			235
Temp (°C)			100
Color (Hazen),max	Pt-Co Scale	mod. D 1209	50
Flash Point (°C), min	Pensky-Martens Closed cup	D 93	155
Water (ppm), max	Coulimetric Karl-Fischer	E 1064	40
Appearance (Clear & Bright)	Visual	n/a	C&B
<b>TYPICAL PROPERTIES*</b>			
Molecular Weight, $M_n$	Gel Permeation Chromatography	modified D 3536	910
Polydispersity Index, $M_w/M_n$	Gel Permeation Chromatography	modified D 3536	1.60
Flash Point (°C)	Cleveland Open Cup	D 92	>210
	Luchaire Closed Cup	NFT 60103	-
Turbidity (NTU)	Nephelometric	D 5180	<4
Acid Number (mg KOH/g)	Titrimetric	D 974	<0.05
Bromine Number (g Br <sub>2</sub> /100g)	Titrimetric	IP 129/87	16.5
Bromine Index (mg Br <sub>2</sub> /100g)	Titrimetric	D 2710	-
Chlorine (ppm)	X-Ray Fluorescence	n/a	40
Metals (ppm):	Inductively Coupled Plasma Spec.	n/a	
Na			<1
K			<1
Fe			<1
Specific Gravity (at 15.5 °C)		D 1298	0.893
Glass Transition Temperature, $T_g$ (°C)	Differential Scanning Calorimetry	n/a	-69.6
Pour Point (°C)		D 97	-7
Viscosity Index		D 2270	125
Viscosity (SUS)	Saybolt	D 2161	1025
Temp (°C)			100
Refractive Index		D 1218	1.494
Total Sulfur (ppm)	X-Ray Analysis	n/a	< 5

\* Note: Not a Sales Specification, data based upon testing of randomly selected lots of product.



Technical information contained herein is furnished without charge or obligation, and is given and accepted at recipient's sole risk. Because conditions of use may vary and are beyond our control, INEOS makes no representation about, and is not responsible or liable for the accuracy or reliability of data, nor for toxicological effects or Industrial Hygiene requirements associated with particular uses of any product described herein. Nothing contained in this document shall be considered a recommendation for any use that may infringe patent rights, or an endorsement of any particular material, equipment, service, or other item not supplied by INEOS. The "Properties" and "Applications" listed in this document are not specifications. They are provided as information only and in no way modify, amend, enlarge, or create any specification or warranty, and ALL WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING WITHOUT LIMITATION THE WARRANTIES OF MERCHANTABILITY AND FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE, ARE EXCLUDED.

The name INEOS is a trademark of INEOS Capital Limited.

## Antioxidants

Ciba® IRGANOX® and Ciba® IRGAFOS® antioxidants hinder thermally induced oxidation of polymers in coatings. They trap free radicals formed upon heating in presence of oxygen and prevent discoloration or change of resins mechanical properties.

Product name	Chemical type	Applications			Physical form	Molecular weight (g/mol)	Volatility	Melt point (°C)	Density at 20°C (g/cm <sup>3</sup> )
		Architectural	General industry	Appliance					
IRGANOX® 1010	Phenolic	○	○	●	solid	1178	non-volatile	110-125	1.15
IRGANOX® 1076	Phenolic	○	○	●	solid	531	non-volatile	50-65	1.02
IRGANOX® 245	Phenolic	○	○	●	solid	587	non-volatile	76-79	1.14
IRGAFOS® 168	Phosphite	○	●	●	solid	647	non-volatile	183-186	1.02
IRGAFOS® 126	Phosphite	○	●	●	solid	604	non-volatile	>160	1.15
IRGANOX® B225	Phenolic/Phosphite	○	○	●	solid	-	non-volatile	-	-
IRGAFOS® XP 60	Lactone/Phosphite	●	●	●	solid	-	non-volatile	100-175	-
IRGANOX® XP 620	Lactone/Phosphite/Phenolic	○	●	●	solid	-	non-volatile	-	-