



**HAL**  
open science

## Variabilités psychophysiques de l'aspect de l'oxychlorure de bismuth

Julie Flouret, Pierre Bois, Frédéric Gruy, Hélène Garay, Olivier Etterradossi

► **To cite this version:**

Julie Flouret, Pierre Bois, Frédéric Gruy, Hélène Garay, Olivier Etterradossi. Variabilités psychophysiques de l'aspect de l'oxychlorure de bismuth. STPMF 2015 colloque joint Sciences et Technologie des Poudres (STP) / Poudres Matériaux Frittés (PMF), l'Institut Jean Lamour ( IJL UMR 7198) ; Laboratoire d' Études des des Microstructures et de Mécanique des Matériaux ( LEM3 UMR 7239); Laboratoire d'Ingénierie des Biomolécules ( LIBio EA 4367); Laboratoire Réactions et Génie des Procédés ( LRGP UMR 7274), Apr 2015, Nancy, France. pp.3.5-1 à 3.5-9. hal-02173147

**HAL Id: hal-02173147**

**<https://hal.science/hal-02173147>**

Submitted on 24 Aug 2022

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## **Variabilités psychophysiques de l'aspect de l'oxychlorure de bismuth**

FLOURET Julie<sup>a</sup>, BOIS Pierre<sup>b</sup>, GRUY Frédéric<sup>c</sup>, GARAY Hélène<sup>d</sup> et ETERRADOSSI Olivier<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Orrion Chemicals Metalchem

ZI Quai Jean Jaurès, 218 Avenue Marie Curie, 07800 La Voulte-sur-Rhône

<sup>b</sup>Orrion Chemicals Orgaform

Le Pressoir Vert, 45400 Semoy

<sup>c</sup>Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne

158 Cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne

<sup>d</sup>Centre des Matériaux des Mines d'Alès

Ecole des Mines d'Alès, 6 avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex

### **Résumé**

L'oxychlorure de bismuth (BiOCl) a été le premier pigment synthétique non toxique avec un éclat de perle. Il est majoritairement utilisé en cosmétique en tant que pigment ou filler dans la formulation de rouge à lèvres, vernis à ongles, mascaras ou fard à paupières. Il possède de nombreux avantages : il permet notamment d'obtenir une excellente blancheur, une texture lisse et soyeuse ainsi qu'un fort pouvoir couvrant. Grâce à sa large gamme d'effets optiques (mat, nacré, irisé, métallisé), il est de plus en plus utilisé pour d'autres types d'applications industrielles : fabrication de boutons, encres, peintures, revêtements décoratifs. A l'heure actuelle, il existe cinq grades industriels de l'oxychlorure de bismuth fabriqués par le groupe Orrion Chemicals, leader européen de la fabrication des sels métalliques possédant une visibilité mondiale sur les dérivés du bismuth.

Un projet d'innovation « Tout ce qui brille » a été lancé entre le groupe Orrion Chemicals et ARMINES afin de développer des grades innovants du pigment et d'étendre au maximum ses champs d'application. Pour cela, l'enjeu majeur du projet a été d'établir un lien entre les procédés de synthèse du pigment et les propriétés psycho-sensorielles résultantes. Afin d'établir ce lien essentiel pour les pigments d'oxychlorure de bismuth, l'étude s'est organisée en deux parties distinctes : une première permettant de caractériser les propriétés physiques des poudres en lien avec les procédés de précipitation, et une seconde visant à établir le lien entre propriétés physiques et perceptuelles des poudres. Cet article présente le lien entre les propriétés visuelles obtenues et les paramètres de synthèse du procédé. Un volet instrumental a été mis en œuvre destiné à caractériser optiquement les produits en termes d'intensité réfléchie, de vieillissement sous radiation UV et de chromaticité résiduelle. Ces caractérisations optiques permettent de décrire l'effet visuel obtenu : spéculaire, « soft-focus », nacré, irisé, métallisé, ou encore excellente blancheur.

**Mots-clés :** Oxychlorure de bismuth, Pigment, Procédé de précipitation, Aspect visuel, Vieillissement

### **1. Contexte industriel et introduction**

L'oxychlorure de bismuth a été le premier pigment synthétique non toxique avec un éclat de perle. Il est formé par hydrolyse d'un sel de bismuth acide en présence d'ions chlorures. Il est beaucoup utilisé en cosmétique en tant que pigment ou filler dans la formulation de rouge à lèvres, vernis à ongles, mascaras ou fard à paupières. Il permet d'obtenir une excellente blancheur, une brillance nacrée/satinée/métallisée et une texture lisse. Il est de plus en plus utilisé pour d'autres types d'applications industrielles : fabrication de boutons, encres, peintures, décoration.

A l'heure actuelle, il existe cinq grades industriels différents de l'oxychlorure de bismuth fabriqués par le groupe Orrion Chemicals, leader européen de la fabrication des sels métalliques possédant une visibilité mondiale sur les dérivés du bismuth. Ces différents grades se caractérisent par des propriétés physiques différentes et donc des effets optiques différents.

Un projet d'innovation « Tout ce qui brille » a été lancé entre le groupe Orrion Chemicals et ARMINES afin de développer des grades innovants du pigment et d'étendre au maximum ses champs d'application. Pour cela, l'enjeu majeur du projet a été d'établir un lien entre les procédés de synthèse du pigment et les propriétés psycho-sensorielles résultantes. Afin d'établir ce lien essentiel pour les pigments d'oxychlorure de bismuth, l'étude s'est organisée en deux parties distinctes : une première permettant de caractériser les propriétés physiques des poudres en lien avec les procédés de précipitation, et une seconde visant à établir le lien entre propriétés physiques et perceptuelles des poudres. Cet article est centré sur la seconde partie du projet et présente le lien entre propriétés visuelles et paramètres de synthèse.

## **2. Etat de l'art**

Au cours de la dernière décennie, la bibliographie scientifique s'est enrichie de nombreuses publications concernant les oxychlorures de bismuth, sans qu'aucune ne soit consacrée aux propriétés dites psychophysiques ou sensorielles (couleur perçue, blancheur, brillance...). La plus grande partie des nouvelles références traite des capacités de photocatalyse ou de photodégradation des colorants par BiOCl pur (Jiang et al. (2012), Shi et al. (2011)), dopé par Nb (Lin et al. (2007)), Pb (Aliev et al. (2013)), W (Chakraborty et al. (2011)), Mn (Zhang et al. (2012a), Na (Chang et al. (2010))) ou associé à d'autres halogénures (Br, I) (An et al. (2008), Zhang et al. (2013)) oxydes (Yong Chai et al. (2009)) ou oxyhydrates (Shenawi-Khalil et al. (2012)). D'autres abordent le potentiel de formes d'oxychlorures de cristallographie plus complexe ( $\text{Bi}_x\text{O}_y\text{Cl}_z$ ) (Li et al. (2014)). Cette problématique est parfois associée à la résolution de la structure électronique ou du champ cristallin de BiOCl (Koc et al. (2012), Zhao et al. (2012)), au rôle des défauts de structure (lacunes d'oxygène) (Zhang et al. (2012b)), et aux aspects cristallographiques (effets des substitutions d'halogènes (Keller et Krämer (2005), oxychlorures à stœchiométrie de type  $\text{Bi}_x\text{O}_y\text{Cl}_z$  (Eggenweiler et al. (2000), Hopfgarten (1976)) ainsi qu'à la morphologie des cristaux (Ye et al. (2011a)). De nombreuses publications abordent ce dernier point, avec en filigrane l'idée que la morphologie serait une des clés des différences de pouvoir de photodégradation. Elles décrivent des plaquettes ou « carrés » (Wu et al. (2014b), Xiong et al. (2011)), des formes en « rose des sables » alternativement désignées comme microsphères, nanosphères ou « fleurs » (Xia et al. (2013), Sun et al. (2014)), voire des arrangements planaires (films) de nano-filaments (Wu et al. (2010a)). Lorsque les propriétés optiques de ces matériaux particuliers sont étudiées, c'est essentiellement par le biais des constantes optiques (indice de réfraction complexe) (Zhao et al. (2012)), de l'absorption dans l'ultraviolet (Lopez-Salinas et al. (2010)) ou de la luminescence (Cao et al. (2009)). La couleur (« blanc », « noir » (Ye et al. (2012b) ou « gris » (Sarwan et al. (2014)) est rarement abordée, et uniquement comme un élément caractérisant des qualités de produits de capacités photocatalytiques différentes. Les conséquences sensorielles (en particulier en matière d'applications cosmétiques) sont à peine citées (Maile et al. (2005)), et ne font pas -à notre connaissance- l'objet d'investigations publiées.

## **3. Matériel et méthodes**

### **3.1 Dispositif expérimental de précipitation**

La première partie du projet « Tout ce qui brille » a consisté à étudier et comparer les procédés industriels de synthèse des différents grades d'oxychlorure de bismuth. Des expériences en réacteur pilote de précipitation et une étude paramétrique ont été réalisées. Le montage utilisé est présenté sur la Figure 1. Différents paramètres de procédé tels que le pH, l'excès de chlore, la température, le temps de maturation ou encore le temps de chauffage durant la réaction de précipitation ont été étudiés. Cette étude paramétrique a permis d'établir un premier lien entre propriétés physiques des cristaux et paramètres de procédé de précipitation que nous ne détaillerons pas ici.



Figure 1. Photographie du montage expérimental pour effectuer les expériences de précipitation

### 3.2 Choix des échantillons

Au cours de l'étude paramétrique, plusieurs échantillons ont été synthétisés, en faisant varier des paramètres du procédé de précipitation. Pour l'étude des propriétés psychophysiques, cinq échantillons références ont été choisis. L'échantillon A est celui pour lesquels les paramètres du procédé constituent la référence simulant le procédé industriel. L'échantillon B a subi un temps de maturation plus long (de 20h au lieu de 3h), et présente une surface spécifique plus faible que l'échantillon A. L'échantillon C a été obtenu à partir d'un excès de chlore mis en œuvre dans le procédé : sa surface spécifique est plus élevée que pour l'échantillon A. L'échantillon D a été obtenu à température ambiante de 25°C au lieu d'une température de 85°C dans les conditions de référence : la surface spécifique de l'échantillon D est beaucoup plus élevée que pour l'échantillon A. Enfin l'échantillon E a été synthétisé par un chauffage prolongé lors de la précipitation et présente une surface spécifique plus faible que l'échantillon A.

### 3.3 Diffraction X et imagerie MEB

Les échantillons sont analysés par diffraction des rayons X afin de connaître leur structure cristalline. Le microscope électronique à balayage (MEB) est également utilisé pour observer la morphologie et les dimensions des cristaux d'oxychlorure de bismuth.

### 3.4 Préparation des échantillons

Les échantillons sont préparés sous forme de compact à l'aide d'une presse mécanique à pastiller. La pression appliquée est de 20 kN. Le diamètre des pastilles est de 32 mm, et l'épaisseur est variable, mais toujours suffisante pour éliminer l'influence du fond sur le signal optique.

### 3.5 Gonio-spectrophotométrie

La mesure des intensités réfléchies est réalisée au moyen d'un gonio-spectrophotomètre Instrument Systems composé d'un spectrophotomètre à matrice CCD MAS40 et d'un goniomètre GON360. L'angle solide du détecteur est de 4.6°, la résolution angulaire maximale est de 0.1°. Les mesures ont été réalisées avec une source halogène blanche stabilisée de type LS 100-130 (amplitude spectrale 350-2200 nm), sous une incidence fixe de 30°. Les intensités angulaires spectrales et intégrales (photométriques) ont été collectées dans la gamme spectrale 380-780 nm, entre -18° (rétro réflexion) et 60°, au pas angulaire de 0.5° sur l'intervalle [28,31] et de 1° sur les intervalles [-18,28] et [31,60].

Les intensités intégrales sont traduites en réflectance angulaire en calculant le ratio de l'intensité réfléchie à l'intensité incidente. Leur valeur et leur évolution avec l'angle de réflexion permettent d'évaluer le

caractère diffus ou spéculaire de la surface analysée. Un diffuseur parfait a une réflectance théorique de 1 pour l'ensemble des angles de détection. Un réflecteur parfait (miroir métallique ou verre noir dit « de Carrare ») possède une réflectance très faible (de l'ordre de quelques %) sous tous les angles à l'exception de la direction spéculaire (symétrique de la direction d'illumination par rapport à la normale à l'échantillon) dans laquelle la réflectance excède très largement 1. Les échantillons « satinés », « lustrés », etc... s'écartent de ce modèle de Dirac : ils présentent à la fois des réflectances tendant plus ou moins vers 1 hors de la zone spéculaire et des réflectances supérieures à 1 dans cette dernière. Ceci s'accompagne d'un élargissement du « pic » qui peut être traduit par la largeur à mi-hauteur de ce dernier.

### 3.6 Vieillessement UV

Les échantillons sont vieillis dans une enceinte Solarbox (Elcometer SARL). L'irradiation est assurée par une lampe Xénon de spectre proche du spectre solaire. L'irradiation est fixée à  $500 \text{ W.m}^{-2}$ . L'enceinte est ventilée pendant son fonctionnement pour éviter une augmentation trop forte de la température. Les échantillons sont prélevés après 24h d'irradiation pour être caractérisés en gonio-spectrophotométrie puis remis en enceinte pendant 48h supplémentaires.

## 4. Résultats

### 4.1 Diffraction X et imagerie MEB

Pour tous les échantillons, l'ensemble des raies de diffraction observées est cohérent avec la présence exclusive de Bismoclite  $\text{BiOCl}$  (fiche JCPDS 06-249, maille quadratique, groupe de symétrie  $P4/nmm$  avec  $a$  et  $c$  respectivement proches de  $3.887$  et  $7.354 \text{ \AA}$ ,  $Z = 2$ ). La principale différence constatée entre les produits réside dans le rapport d'intensités entre les pics correspondants (ou parallèles) aux plans d'indices de Miller (001) et (101). Ces ratios sont présentés dans la Table 1, dans laquelle on constate que les extrêmes varient d'un facteur 5. Ces variations sont à relier à la croissance différentielle des faces dont la nomenclature est donnée par la Figure 2 (Wu S. et al. (2014)). Cette variation des ratios est corrélable aux variations d'habitats constatées lors des observations MEB présentées en Figure 3 : les formes les plus régulièrement octogonales s'accompagnent de ratios d'intensité faibles.

Table 1. Ratio d'intensité des maxima  $I_{(001)}/I_{(101)}$

A	1,30
B	2,65
C	1,07
D	0,77
E	3,39

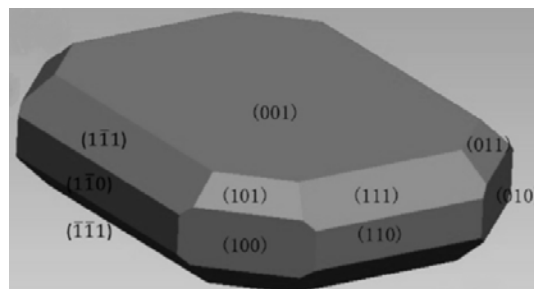


Figure 2. Morphologie théorique d'un cristal de bismoclite (Wu S. et al. (2014))

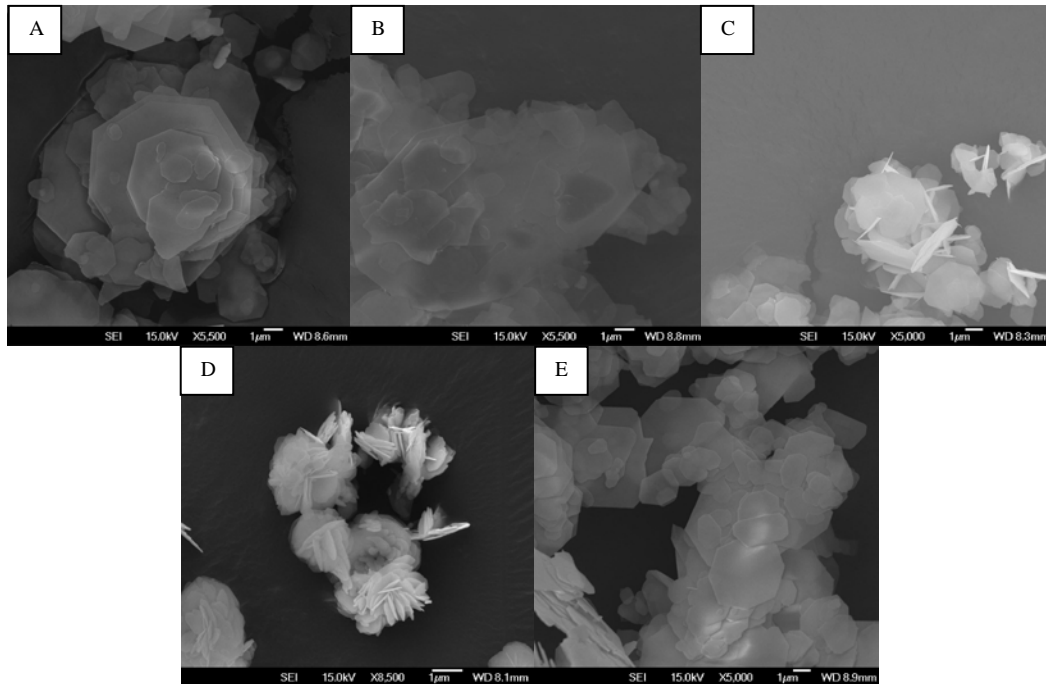


Figure 3. Images MEB des cinq échantillons d'oxychlorure de bismuth synthétisés

#### 4.2 Gonio-spectrophotométrie et colorimétrie

Les résultats de la caractérisation au gonio-spectrophotomètre sont présentés selon plusieurs composantes.

- Résultats en intensité totale (intégration du signal spectral) :

Pour chaque angle de détection, les valeurs d'intensité sont rapportées à l'intensité de la source mesurée dans la même configuration (réflectance). Les cinq échantillons étudiés sont représentés sur le même graphique à  $t = 0j$  (état neuf) sur la Figure 4 et à  $t = 1j$  (après 24h en Enceinte Solarbox) sur la Figure 5.

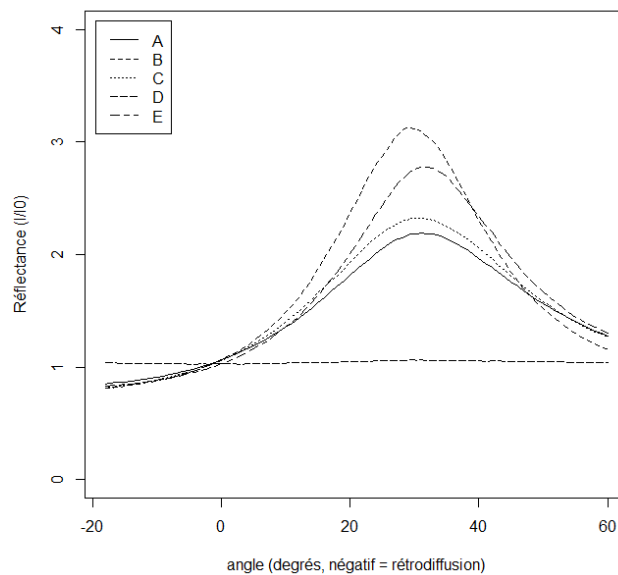


Figure 4. Intensités rapportées à la source en fonction de l'angle de détection à  $t=0j$

La Figure 4 montre des écarts de comportement entre les différents échantillons à  $t=0$ . L'échantillon D a un comportement diffusant, très proche d'un diffuseur parfait. Les quatre autres échantillons ont un comportement spéculaire, plus marqué pour les échantillons B et E. Le décalage du pic spéculaire (visible surtout pour les échantillons B et E) peut s'expliquer par un léger défaut de planéité de la zone de mesure. La Figure 5 montre l'évolution de la réflectance après 1 jour en Solarbox. On remarque pour tous les échantillons une baisse de la réflectance diffuse qui se traduit par des valeurs plus faibles pour les angles négatifs. En revanche, le comportement spéculaire est toujours présent pour les échantillons A, B, C et E, mais de manière plus faible pour l'échantillon B.

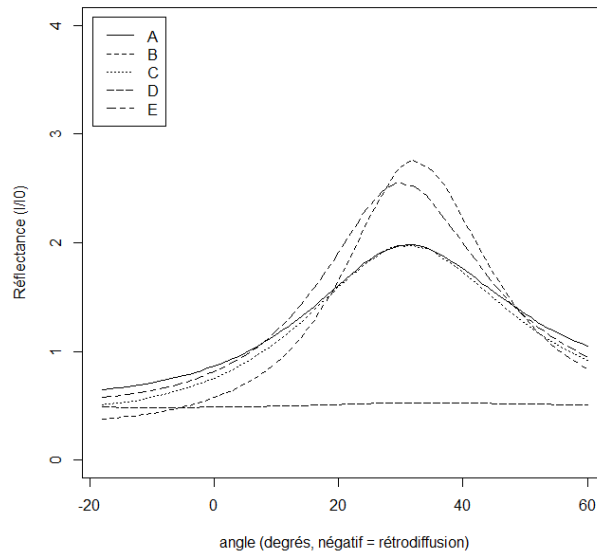


Figure 5. Intensités rapportées à la source en fonction de l'angle de détection à  $t = 1j$

- Cinétique de grisaillement :

La Figure 6 représente la variation en pourcentage de l'intensité par rapport à l'intensité initiale de chaque échantillon.

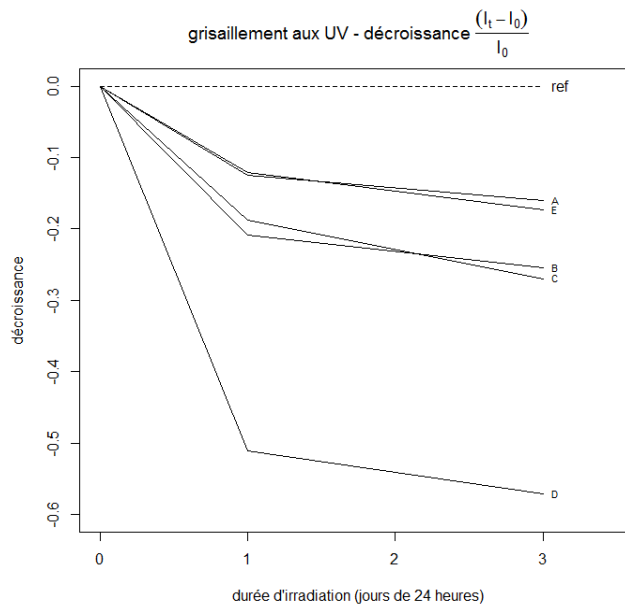


Figure 6. Cinétique de grisaillement des cinq échantillons ( $I_t$  : intensité réfléchie après  $t$  jours d'irradiation,  $I_0$  : intensité réfléchie avant irradiation)

La Figure 6 montre que la cinétique de grisaillement est plus faible entre les jours 1 et 3 qu'entre les jours 0 et 1. L'échantillon qui grisaille le plus rapidement est le D, celui qui présente un comportement diffusant. Les échantillons A et E d'une part, et B et C d'autre part ont une cinétique de grisaillement proche.

• Résultats en chromaticité :

La chromaticité est exprimée grâce aux coordonnées  $a^*$  et  $b^*$  du système CIE Lab 1976 (Illuminant D65, Observateur 10°). La Figure 7 présente les valeurs de chromaticité ( $a^*$  et  $b^*$ ). Pour la lecture de ces graphiques, il est nécessaire de rappeler qu'il s'agit de chromaticité résiduelle, c'est-à-dire que les couleurs sont très peu saturées en particulier du fait de la clarté très élevée (supérieure à 90 sous tous les angles pour  $t=0j$ , et autour de l'angle spéculaire pour  $t=1j$  et  $t=3j$ ).

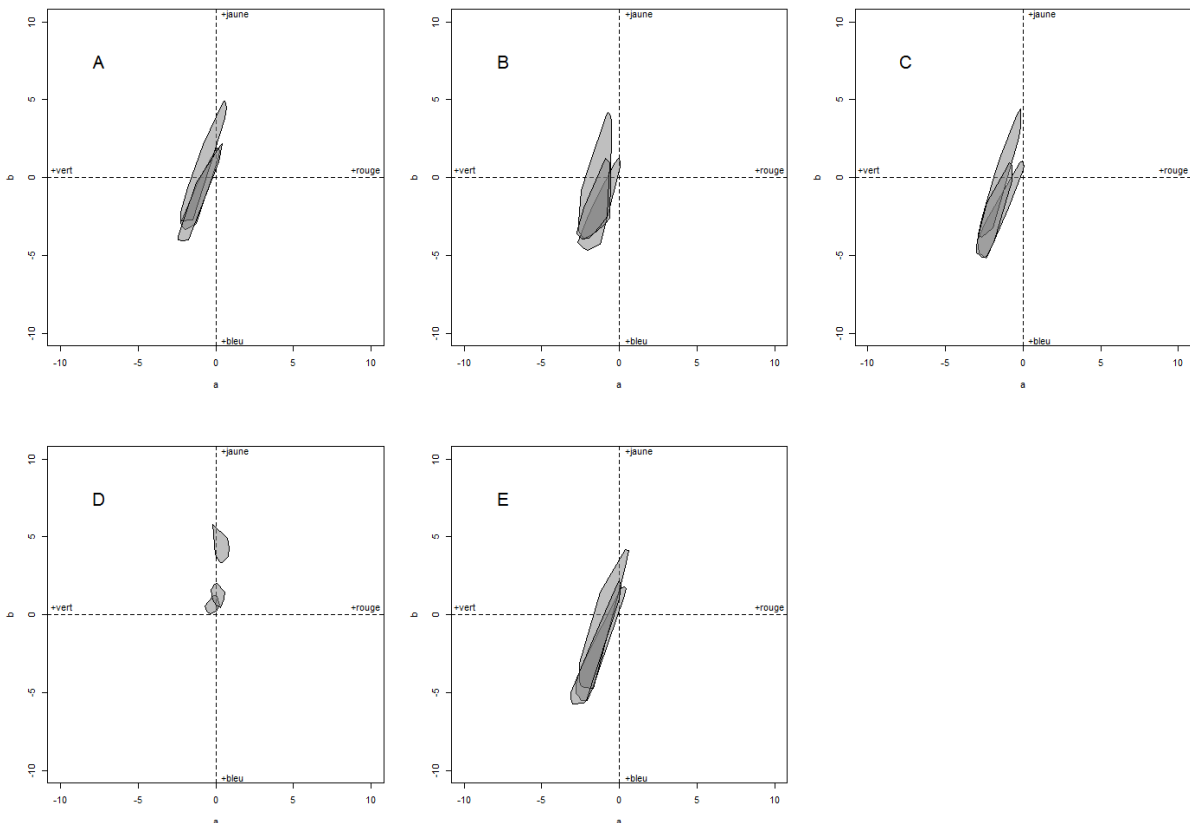


Figure 7. Chromaticité résiduelle ( $a^*$  en abscisse,  $b^*$  en ordonnée) des échantillons A, B, C, D et E

Chaque surface grisée est le polygone convexe incluant l'ensemble des points pour l'un des temps d'irradiation 0, 1 et 3 jours. La chromaticité résiduelle des échantillons varie assez peu tant entre les différents échantillons que pour un même échantillon aux différents stades de vieillissement. Il faut néanmoins noter le comportement particulier de l'échantillon D pour lequel le diagramme de chromaticité montre une très faible variation de couleur en fonction de l'angle de détection due à son comportement très diffusant. Les autres échantillons ont une signature chromatique plus étendue sur le diagramme  $a^*b^*$ , due aux effets interférentiels alors même que cette présentation sous forme de compact n'est pas la plus appropriée pour mettre ces effets en évidence.

L'observation visuelle des échantillons peut être reliée à ces caractérisations psychophysiques. Tout d'abord, le grisaillement de l'ensemble des échantillons après irradiation (à un jour puis à trois jours) est nettement perceptible.



Ensuite des nuances de comportement sont également visibles : l'échantillon D présente un aspect mat. L'échantillon B après irradiation est celui dont l'aspect ressemble le plus à un métal : gris assez sombre et brillant. L'échantillon A paraît plus blanc que les autres après irradiation. En revanche les nuances chromatiques sont difficiles à percevoir à l'œil nu.

## 5. Conclusions et perspectives

Ce travail a permis d'établir le lien entre propriétés physiques des poudres (DRX, imagerie MEB) et propriétés optiques (intensité totale, cinétique de grisaillement en présence d'UV et chromaticité résiduelle). En fonction des paramètres de procédé de précipitation, nous avons pu caractériser les propriétés optiques de chacun des produits et ainsi commencer à établir le vocabulaire des effets observés : mat, spéculaire, métallisé, ou encore excellente blancheur. Ce volet sémantique sera encore approfondi par la suite par une phase de génération de vocabulaire réalisée par des sujets naïfs et une étude de la structure de l'espace qu'il décrit.

Cela devrait donc conduire à l'optimisation des grades existants de l'oxychlorure de bismuth et surtout au développement de grades innovants en termes d'effets visuels et de propriétés applicatives du pigment.

## Références

- Aliev A., Olchowka J., Colmont M., Capoen E., Wickleder C et Mentré O, *Inorg. Chem.*, 2013, **52**, 8427–8435  
An H., Du Y., Wang T., Wang C., Hao W. et Zhang J., *Rare Metals*, 2008, **27**(3), 243-250  
Cao S., Guo C., Ly Y., Guo Y. et Liu Q., *Nanotechnology*, 2009, **20**, 275702 (7pp)  
Chakraborty A.K., Rawal S.B., Yi Han S., Yong Chai S. et In Lee W., *Applied Catalysis A (General)*, 2011, **407**, 217–223  
Chang X., Yu G., Huang J., Li Z., Zhu S., Yu P., Cheng C., Deng S. et Ji G., *Catalysis Today*, 2010, **153**, 193–199  
Eggenweiler U., Keller E. et Krämer V., *Acta Cryst.*, 2000, **B56**, 431-437  
Hopfgarten F., *Acta Cryst.*, 1976, **B32**, 2570-2573  
Jiang J., Zhao K., Xiao X. et Zhang L., *J. Am. Chem. Soc.*, 2012, **134**, 4473–4476  
Keller E. et Krämer V., *Z. Naturforsch.*, 2005, **60b**, 1255 – 1263  
Koc H., Akkus H. et Mamedov A.M., *Gazi University Journal of Science*, 2012, **25**(1), 9-17  
Li F., Wang Q., Wang X., Li B., Hao Y., Liu R. et Zhao D., *Applied Catalysis B (Environmental)*, 2014, **150–151**, 574–584  
Lin X., Huang T., Huang F., Wang W. et Shi J., *J. Mater. Chem.*, 2007, **17**, 2145–2150  
Lopez-Salinas F.I., Martinez-Castañon G.A., Martinez-Mendoza J.R. et Ruiz F., *Materials Letters*, 2010, **64**, 1555–1558  
Maile F.J., Pfaff G. et Reynders P., *Progress in Organic Coatings*, 2005, **54**, 150–163  
Sarwan B., Pare B. et Acharya A.D., *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2014, **25**, 89–97  
Shenawi-Khalil S., Uvarov V., Menes E., Popov I. et Sasson Y., *Applied Catalysis A (General)*, 2012, **413–414**, 1–9  
Shi Z., Wang Y., Fan C., Wang Y. et Ding G., *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2011, **21**, 2254-2258  
Sun D., Li J., Feng Z., He L., Zhao B., Wang T., Li R., Yin S. et Sato T., *Catalysis Communications*, 2014, **51**, 1–4  
Wu S., Wang C., Cui Y., Wang T., Huang B., Zhang X., Qin X. et Brault P., *Materials Letters*, 2010a, **64**, 115-118  
Wu S., Wang C. et Cui Y., *Applied Surface Science*, 2014b, **289**, 266-273  
Xia J., Zhang J., Yin S., Li H., Xu H., Xu L. et Zhang Q., *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2013, **74**, 298–304  
Xiong J., Cheng G., Li G., Qin F. et Chen R., *RSC Advances*, 2011, **1**, 1542–1553  
Ye L., Zan L., Tian L., Peng T. et Zhang J., *Chem. Commun.*, 2011a, **47**, 6951-6953  
Ye L., Deng K., Xu F., Tian L., Peng T. et Zan L., *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2012b, **14**, 82–85  
Yong Chai S., Kim Y.J., Jung M.H., Chakraborty A.K., Jung D. et Lee W.I., *Journal of Catalysis*, 2009, **262**, 144–149  
Zhang B., Ji G., Liu Y., Gondal M.A. et Chang X., *Catalysis Communications*, 2013, **36**, 25–30  
Zhang X., Zhao L., Fan C., Liang Z. et Han P., *Physica B*, 2012a, **407**, 4416–4424  
Zhang X., Lijun Zhao L., Fan C., Liang Z. et Han P., *Computational Materials Science*, 2012b, **61**, 180–184  
Zhao L., Zhang X., Fan C., Liang Z. et Han P., *Physica B*, 2012, **407**, 3364–3370

## Remerciements

Nous remercions la région Centre pour le financement du Projet « Tout ce qui brille » sans qui tout ce travail n'aurait pu être réalisé.

## **Psychophysical variabilities of bismuth oxychloride aspect**

FLOURET Julie<sup>a</sup>, BOIS Pierre<sup>b</sup>, GRUY Frédéric<sup>c</sup>, GARAY Hélène<sup>d</sup> et ETERRADOSSI Olivier<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Orrion Chemicals Metalchem

ZI Quai Jean Jaurès, 218 Avenue Marie Curie, 07800 La Voulte-sur-Rhône

<sup>b</sup>Orrion Chemicals Orgaform

Le Pressoir Vert, 45400 Semoy

<sup>c</sup>Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne

158 Cours Fauriel, 42023 Saint-Etienne

<sup>d</sup>Centre des Matériaux des Mines d'Alès

Ecole des Mines d'Alès, 6 avenue de Clavières, 30319 Alès Cedex

### **Abstract**

Bismuth oxychloride (BiOCl) was the first synthetic nontoxic pigment with pearl luster. It is mainly used in cosmetic field as pigment or filler in formulation of lipsticks, nail enamels, mascaras or eye shadows. Bismuth oxychloride has many advantages: it allows an excellent whiteness, a smoothy and silky texture and also a high covering power. Thanks to its wide range of optical effects (mat, nacreous, iridescent, metallized), it is increasingly used in other industrial applications than cosmetics: pearl buttons manufacturing, inks, paintings, decorative coatings. Currently, five industrial grades of bismuth oxychloride are manufactured by Orrion Chemicals Group, European leader for metal salts synthesis owning a worldwide visibility for bismuth chemistry.

An innovative project "All that glitters" was launched between Orrion Chemicals and ARMINES in order to develop innovative grades of BiOCl pigment and expand its application fields. The main challenge of the project was therefore to make a connection between synthesis process parameters and resulting psycho-sensorial properties. In order to establish this crucial link for bismuth oxychloride pigments, the study was divided into two different parts: the first allowing to characterize physical properties of powder and the link with precipitation process parameters; the second dedicated to study the relationship between physical and perceptual properties of powder. This article focuses on the link between visual properties of BiOCl pigments and synthesis process parameters. A deepened instrumental work was implemented to characterize the optical properties of products in terms of reflected intensity, residual chromaticity and ageing under UV irradiation. These optical characterizations allow to describe the resulting visual effect: specular, "soft-focus", nacreous, iridescent, metallized or excellent whiteness.

**Keywords:** Bismuth oxychloride, Pigment, Precipitation process, Visual aspect, Ageing

---