

# Utilisation des noirs de carbone Raven<sup>®</sup> dans les encres

## Introduction

Les noirs de carbone Raven<sup>®</sup> de Columbian Chemicals Company peuvent être utilisés dans un grand nombre d'applications utilisant des encres. Cette brochure présente un résumé de ces applications, décrit la bonne utilisation du noir de carbone dans les différents systèmes d'encre et vous aidera à choisir les noirs de carbone Columbian les plus adaptés à vos applications. Cette brochure est destinée à vous aider à tirer le meilleur des noirs de carbone Raven<sup>®</sup> dans toutes les applications impliquant des encres.

## TABLE DES MATIÈRES

Choix des noirs de carbone Raven <sup>®</sup> dans les encres .....	1
Noirs de carbone Raven <sup>®</sup> couramment utilisés dans les encres (Tableau) .....	1
Propriétés fondamentales du noir de carbone.....	3
Noirs de carbone Raven <sup>®</sup> Ultra <sup>®</sup> .....	3
Encres.....	4
Encres pour journaux.....	4
Encres typographiques pour journaux .....	4
Encres offset à bobines .....	4
Encres aqueuses pour journaux .....	4
Encres à l'huile.....	4
Encres thermoséchantes (offset à bobines).....	4
Encres offset.....	4
Pâtes pigmentaires.....	5
Encres liquides .....	5
Encres d'héliogravure .....	5
Encres flexographiques .....	6
Jet d'encre pigmenté .....	6
Prendre la bonne décision .....	6
Dispersion des noirs de carbone Raven <sup>®</sup> .....	7
Techniques de dispersion recommandées pour les noirs de carbone employés dans les encres (Tableau) .....	7
Méthode d'évaluation complète de la dispersion.....	7
Critères de dispersion - Charge en noir de carbone .....	8
Qualité et stabilité de la dispersion .....	8
Rapport noir de carbone/matières solides du liant .....	9
Problèmes et limitations des fortes charges.....	9
Viscosité du produit broyé .....	9
Résines solides.....	9
Chimie du liant .....	9
Prémélange.....	10
Le procédé de prémélange.....	10
Choisir un prémélangeur .....	10
Prémélange, etc.....	10
Dispersion .....	11

## Encres

Dispersion en broyeur trois cylindres .....	11
Dispersion à haute plasticité .....	11
Exemple - Dispersions à haute plasticité d'encres liquides.....	12
Dispersion pâteuse (pâte épaisse) .....	12
Dispersion en broyeur à billes .....	12
Limitations du broyeur à billes .....	13
Formulation pour une viscosité idéale en broyeur à billes .....	13
Méthode du point d'écoulement de Daniel .....	13
Courbe du point d'écoulement (Graphe) .....	13
Détermination du point d'écoulement .....	14
Exemple - Préparation d'encre typographiques dans des broyeurs à billes en acier .....	14
Déterminer le point final.....	15
Exemple - Préparation d'encre à la cire et au noir de carbone dans des broyeurs à billes .....	15
Préparation de la cire fondue pour le broyage .....	15
Coupage ou réduction des pâtes broyées.....	16
Choc colloïdal .....	17
Dilution des systèmes aqueux.....	17
Directives pour diluer les systèmes aqueux .....	17
Noirs en perles.....	18
Noirs de carbone RAVEN® produits à North Bend (liste) .....	18
Exemple - Utilisation de perles dans les encres liquides - Prêtrempage .....	18
Service clientèle.....	18

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



## CHOIX DES NOIRS DE CARBONE RAVEN® POUR DES APPLICATIONS ENCRE

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

Il existe un noir de carbone Raven® adapté à chaque encre. Cependant, si vous recherchez une encre présentant des caractéristiques particulières, le laboratoire et les chercheurs de Columbian sauront trouver une solution répondant à vos attentes.

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

Grade	Offset					Gravure		Papier carbone	Rubans d'encre	Encres UV	Sérigraphie
	Typographie	Thermo séchage	Presse à feuilles	Journaux	Flexo	Publication	Emballage				
Raven 1255		X	X			X	X		X	X	X
Raven 1200		X			X						
Raven 1170	X				X	X	X				
Raven 1100 Ultra®		X	X								
Raven 1060 Ultra®			X		X		X				
Raven 1040			X			X	X		X		
Raven 1035			X		X	X	X		X	X	
Raven 1020	X	X			X	X	X		X		X
Raven 1000	X	X			X	X	X			X	X
Raven 890						X	X				
Raven 860 Ultra®		X			X	X	X			X	X
Raven 850		X				X	X	X			
Raven 820					X						
Raven 760 Ultra®		X			X	X	X			X	X
Raven 460					X	X	X	X		X	
Raven 450					X	X	X	X		X	
Raven 420								X			
Raven 410							X	X			
Raven H2O					X						
Raven 825 OB				X							
Raven 680 OB				X							

## Encres

Vous allez découvrir ci-dessous comment les propriétés du noir de carbone, l'équipement de dispersion et le système liant interagissent au sein de chaque application. Vous serez ainsi mieux armés pour choisir le noir de carbone **Raven**<sup>®</sup> qui répondra le mieux à vos besoins.

## PROPRIETES FONDAMENTALES DU NOIR DE CARBONE

Parmi les propriétés fondamentales du noir de carbone qui influencent les propriétés finales de l'encre, citons notamment :

La finesse, ou distribution de taille des particules

La structure, ou distribution de taille/forme des agrégats

La porosité, ou distribution de taille des pores, et

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

Toutes ces propriétés concernent des distributions. Un grade de noir de carbone donné, par exemple, ne peut pas être produit avec une taille de particule unique ; il comprend donc toute une gamme de tailles. On parle en général de la taille moyenne des particules, mais la largeur et la forme de la distribution constituent également des facteurs importants pour les performances de l'encre.

### *Les propriétés du carbone influencent les performances*

Diverses propriétés du carbone peuvent avoir un effet important sur les performances des encres.

Petite taille de particules (plus grande surface spécifique)

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

Plus grande structure (augmente l'absorption de DBP)

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

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

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

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

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

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



La technologie Ultra® est un développement commercial de Columbian Chemicals Company qui vise à fabriquer des noirs de carbone d'une extrême pureté. Les grades de noir de carbone produits par cette technologie novatrice présentent typiquement des teneurs en cendres et en résidus à 325 mesh égales au dixième de celles des grades fabriqués par les techniques conventionnelles. La présence du nom Ultra® dans une dénomination Raven® désigne un produit pour encres dont on peut être certain qu'il présentera de fortes améliorations en termes de facilité de dispersion, de brillance, de stabilité et de consistance.

*Il existe un noir de carbone Raven® pour chaque application d'encre*

Columbian fabrique plus de 20 noirs de carbone Raven® destinés à la préparation des encres. Encres pour journaux, encres huileuses, encres aqueuses, encres pâteuses et encres flexographiques figurent parmi les catégories d'applications pour lesquelles il existe des produits Raven®.



## ENCRES POUR JOURNAUX

Les encres pour journaux se divisent en trois grandes catégories : typographie, offset à bobines et aqueuses.

**Les encres typographiques pour journaux** sont imprimées sur des presses rotatives à grande vitesse. Le film d'encre appliqué est généralement épais et nécessite des charges de noir de carbone de l'ordre de 10 à 15 %. L'encre ne sèche pas, mais est absorbée par le papier. La formulation comprend trois composants principaux, dont l'huile est le plus abondant. Les autres composants des formulations classiques sont le noir de carbone et une petite quantité d'agent mouillant.

Les exigences appliquées au noir de carbone pour ce type d'encre sont en premier lieu :

- facilité de dispersion
- sous-ton bleu
- pénétration minimale dans le substrat
- bonne résistance au frottement
- longue durée de vie des plaques

Plusieurs noirs de carbone **Raven®** remplissent les critères associés à ce type d'encres.

Compte tenu des critères de facilité de dispersion et de sous-ton bleu, **Raven® 825**, un noir fin à structure marquée, convient parfaitement à cette application. Les gros agrégats associés aux noirs à grande structure comme **Raven® 825** ont tendance à ne pas pénétrer dans la surface du papier, ce qui tend à renforcer l'éclat et à augmenter le rendement d'impression.

Un noir à faible structure comme **Raven® 680** est destiné aux applications nécessitant une haute résistance au frottement.

**Raven® 825** et **Raven® 680** sont perlés avec une huile choisie tout spécialement pour sa faculté à servir d'agent mouillant avec les systèmes qui utilisent ces deux noirs.

**Les encres pour offset à bobines** doivent rester fluides malgré les grandes vitesses d'impression et prendre par contact. Comme les encres typographiques pour journaux, les encres pour offset à bobines "sèchent" par pénétration dans le papier sur lequel elles sont appliquées. Dans ce procédé, des résines d'hydrocarbures sont parfois ajoutées pour réduire la

sensibilité au frottement. Le procédé de l'offset à bobines applique sur le papier des films d'encre nettement plus minces et nécessite des charges en carbone supérieures pour obtenir la densité optique requise.

Les exigences appliquées aux noirs de carbone utilisés dans les encres pour offset à bobines sont en premier lieu :

- facilité de dispersion
- grande force teintante
- densité optique élevée
- sous-ton bleu
- pénétration minimale dans le substrat
- bonne résistance au frottement
- faible usure des plaques

Là encore, **Raven® 825** est préféré pour les encres standards. **Raven® 680** est le carbone standard pour les situations demandant une bonne résistance au frottement et une faible viscosité.

**Les encres aqueuses pour journaux** sont généralement des encres flexographiques. Parmi les avantages de ce type d'encres, citons : des presses simplifiées, un papier plus mince et la réduction de la consommation d'huile. **Raven® 820** est un noir de carbone qui contribue à faire face aux défis uniques auxquels sont confrontées les encres aqueuses pour journaux, notamment en termes de temps de séchage, de maculage sur le deuxième cylindre d'impression et de remplissage des tons continus.

## ENCRES À L'HUILE

Les encres à l'huile comprennent deux catégories : les encres thermoséchantes (offset à bobines) et les encres pour offset à feuilles.

**Les encres thermoséchantes (pour offset à bobines)** doivent pouvoir prendre instantanément, car elles sont utilisées à des vitesses de presse très élevées, sur une presse alimentée par des bobines. Ce procédé exige un compromis parfait entre la nécessité d'un séchage rapide et la faible viscosité nécessaire pour obtenir les vitesses de transfert requises sur les presses rapides.

**Les encres pour offset à feuilles** sont formulées pour obtenir des viscosités supérieures, car la vitesse d'impression est moins élevée. Cette augmentation de la viscosité améliore le temps de prise, mais le temps de

séchage final tend à être plus long que celui d'une encre thermoséchante.

Les encres à l'huile comme celles-ci durcissent par plusieurs mécanismes : oxydation par l'air et pénétration pour les encres d'offset à feuilles ; évaporation d'un solvant à haut point de fusion pour les formulations thermoséchantes.

Ces encres sont préparées pour obtenir des couleurs, une force teintante et une densité optique maximales. Les concentrations en carbone dans ces encres vont de 15 à 22 % pour permettre les films d'encre très minces produits par ces procédés.

Les exigences appliquées au noir de carbone pour ces encres à l'huile sont en premier lieu :

- haut niveau d'éclat
- sous-ton bleu
- faible absorption d'huile
- grande force teintante
- excellente fluidité
- bonnes propriétés de dispersion

Les noirs de carbone **Raven® 1000**, **Raven® 760** et **Raven® 860** présentent une taille de particule très fine et une structure moindre et constituent des standards pour ce type d'encres. La faible absorption d'huile par le noir contribue à la faible viscosité, à la bonne fluidité et à la haute brillance. La grande force teintante garantit un bon rendement d'impression. La densité optique souhaitée est obtenue grâce à la taille relativement fine des particules, combinée aux hautes concentrations en noir de carbone.

Les noirs post-traités comme **Raven® 1255**, **Raven® 1035** et **Raven® 1060** sont recommandés pour les encres qui nécessitent des *propriétés de fluidité maximales*. Le post-traitement augmente en effet le mouillage des pigments.

La très large utilisation des broyeurs à disques pour la préparation des encres à l'huile a encore été renforcée par les progrès des équipements de broyage. Les perles sèches molles fournies par Columbian conviennent particulièrement bien à cette technique de dispersion. La version poudre de ces noirs est préférée en revanche dans les broyeurs trois cylindres.

## PÂTES PIGMENTAIRES

Les pâtes pigmentaires forment une sorte de concentré contenant un pigment dans un système liant compatible avec la formulation finale dans laquelle il sera utilisé. Les pâtes pigmentaires ou encres pâteuses peuvent atteindre

une concentration en carbone supérieure à 50 %. Ces fortes charges s'accompagnent d'une viscosité élevée, qui maximise l'absorption d'énergie durant le broyage et améliore la dispersion. La faible structure et la surface spécifique réduite contribuent à la faible viscosité nécessaire pour atteindre les fortes charges présentes dans ces pâtes pigmentaires.

Les noirs **Raven® 760**, **Raven® 860**, **Raven® 1000**, **Raven® 1060** et **Raven® 1255®** remplissent tous les critères des noirs de carbone utilisés pour les pâtes pigmentaires, comme :

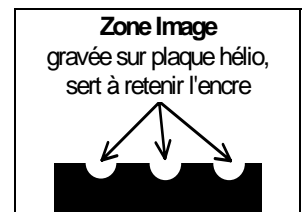
- faible viscosité pour maximiser les capacités de charge
- dispersibilité en une passe
- haute brillance
- sous-ton bleu

## ENCRES LIQUIDES

Les encres liquides peuvent être de type héliogravure ou de type flexographie.

### Les encres d'héliogravure

nécessitent une faible viscosité pour transférer l'encre vers le papier depuis les cellules gravées à la surface de la plaque. La zone image d'une plaque d'héliogravure se trouve sous la surface de la zone non-image. L'excédent d'encre est éliminé de la plaque par une raclette et l'encre est transférée des cellules de la plaque vers le papier par un effet capillaire.



Il existe deux types d'encres d'héliogravure -- héliogravure pour publications et héliogravure pour emballages. Les encres *d'héliogravure pour publications* sont formulées pour répondre aux exigences de densité optique et de sous-ton bleu, tandis que la brillance est moins importante. À l'inverse, les encres *d'héliogravure pour emballages* qui sont imprimées sur des feuilles, du Mylar ou d'autres substrats non-absorbants comparables produisent généralement une très grande brillance. La résistance à l'abrasion de l'impression finale est un critère essentiel pour les encres d'emballage et peut s'obtenir en appliquant un vernis transparent par-dessus l'impression.

L'une des principales difficultés en matière d'encres d'héliogravure est liée à l'obtention de la viscosité nécessaire au procédé d'impression. Des noirs à faible structure comme **Raven® 460** et **Raven® 410** constituent d'excellents choix pour fabriquer des encres

d'héliogravure pour publications. Les faibles besoins en liant des noirs à faible structure contribuent à la brillance souvent recherchée dans ce type d'application. Le choix de carbones à grosses particules garantit l'obtention d'un sous-ton bleu et d'une bonne facilité de dispersion. Les grades plus fins, comme **Raven® 1000** et **Raven® 1020**, sont recommandés pour l'héliogravure d'emballages.

Les liants utilisés dans les encres d'héliogravure se composent de nitrocellulose, de caoutchouc chloré, de vinyle ou d'autres liants dilués dans des solvants hautement volatils. Le solvant s'évapore rapidement quand l'encre présente une formulation idéale, qui garantit également des impressions non collantes immédiatement après l'impression.

Les propriétés souhaitées pour les noirs de carbone employés dans les encres d'héliogravure sont :

- faible viscosité
- grande force teintante
- excellente brillance pour l'héliogravure d'emballages
- sous-ton bleu
- mouillage rapide
- excellente dispersion
- stabilité de la dispersion

**Les encres flexographiques** diffèrent des formulations des encres d'héliogravure, mais sont soumises à des critères similaires en termes de viscosité.

Le terme "flexo" vient des plaques flexibles utilisées pour transférer l'encre sur le papier. La zone image d'une plaque flexographique est surélevée par rapport à la zone non-image.

Plaque flexographique en coupe ; zones surélevées = image



Les noirs utilisés dans les applications flexographiques sont notamment **Raven® 1200**, **Raven® 1170**, **Raven® 1060**, **Raven® 1035**, **Raven® 1020**, **Raven® 1000**, **Raven® 890**, **Raven® 820**, **Raven® 760 Ultra®**, **Raven® 460**, **Raven® 450** et, dans certains cas, **Raven® H2O** pour sa grande facilité de dispersion dans les systèmes aqueux.

Tout comme les encres d'héliogravure, les principales propriétés des noirs de carbone pour encres flexographiques sont :

- faible viscosité
- grande force teintante
- sous-ton bleu
- mouillage rapide
- excellente dispersion
- stabilité de la dispersion

La technique du **Jet d'encre pigmenté** est un secteur en pleine croissance dans l'industrie des encres. Cela est dû à la très forte croissance de la demande en faveur des équipements d'impression numérique personnels et commerciaux et au coût très élevé des pigments associés à ces applications. **Raven® 3500** délivre la combinaison recherchée de taille de particules, densité optique et dispersibilité nécessaires à cette technologie. Comme les encres pour jet sont principalement de type aqueux, des noirs de carbone comme **Raven® 3500** qui présentent une oxydation superficielle sont indispensables à ces applications.

## PRENDRE LA BONNE DÉCISION

Maintenant que vous avez pris connaissance de toutes ces informations, reportez-vous au tableau figurant au début de cette section. Il constitue un moyen simple et efficace de trouver le noir de carbone **Raven®** qui répondra le mieux aux besoins de votre application.

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

## **D**ISPERSION DES NOIRS DE CARBONE RAVEN®

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

Le tableau ci-dessous donne un aperçu rapide des techniques de dispersion recommandées pour les noirs de carbone **Raven®** utilisés dans la fabrication des encres.

### **TECHNIQUES DE DISPERSION RECOMMANDEES POUR LES NOIRS DE CARBONE EMPLOYES DANS LES ENCRE**

<b>Équipement de dispersion</b>	<b>Classification de la dispersion</b>	<b>Prémélange</b>	<b>Forme de noir de carbone Raven® recommandée</b>
Broyeurs à disques	Cisaillement moyen	Nécessaire	De préférence, poudre ; éventuellement perles avec un bon prémélange
Broyeurs trois cylindres	Cisaillement fort	Nécessaire	Poudre
Broyeurs deux cylindres	Cisaillement fort	Souhaitable	Perles
Broyeurs à billes	Cisaillement moyen	Non nécessaire	Perles
Attriteurs	Cisaillement moyen	Non nécessaire	Perles
Rotor-stator	Cisaillement faible	Non nécessaire	Poudre ou noirs perlés à l'huile
Turbine à grande vitesse	Cisaillement faible	Utilisé surtout comme prémélangeur	Poudre

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

- intégrer le noir de carbone au système liant,
- extraire l'air entraîné dans le noir de carbone avec le liant (mouiller le pigment),
- réduire les macro-agglomérats de noir de carbone par broyage pour former des micro-agglomérats ou des agrégats

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

## **M**ESURE DE LA DISPERSION

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

### **MÉTHODE D'ÉVALUATION COMPLÈTE DE LA DISPERSION**

Une méthode d'évaluation complète de la dispersion (**Comprehensive Dispersion Rating, % CDR**) a été développée par Columbian Chemicals pour combiner les informations fournies par les jauges Hegman et NPRI.

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

Une jauge Hegman, dont le canal a une profondeur allant de 100  $\mu$  à 0  $\mu$ , sert à déterminer le point auquel on n'observe plus aucune augmentation de la fréquence des grains. On relève la profondeur du canal en ce point, mesurée en microns. L'échelle de la jauge Hegman va de 0 à la profondeur 100  $\mu$  à 8 à la profondeur 0  $\mu$ . Un taux de broyage Hegman de 8 est idéal. Un taux de broyage Hegman de 0 est mauvais. Par souci de simplicité, Columbian utilise la profondeur du canal au lieu de la valeur indiquée par l'échelle pour calculer le taux de dispersion CDR.

Une jauge NPIRI, équipée d'un canal de profondeur allant de 25  $\mu$  à 0  $\mu$ , est utilisée pour déterminer les taux de granulométrie de l'échantillon d'encre au-dessus et au-dessous d'une profondeur de 10  $\mu$  dans la jauge. Les taux de granulométrie sont proportionnels à la fréquence des grains à la surface de la jauge NPIRI. Ils vont de 0, avec aucun grain visible, à 50, valeur à partir de laquelle on ne peut plus distinguer d'augmentation de la fréquence des grains.

Le taux de broyage Hegman en microns est combiné aux taux de granulométrie donnés par la jauge NPIRI au-dessus et au-dessous du point indiquant une profondeur de 10  $\mu$  sur la jauge NPIRI. La somme est soustraite de 100 et divisée par 2, ce qui donne le taux de dispersion CDR en pourcentage. Les striures apparaissant sur la trajectoire de l'encre dans les canaux sont notées, mais n'entrent pas dans le calcul du taux de dispersion.

La méthode du CDR constitue le seul outil de base permettant de décrire les performances relatives de dispersion d'une encre. Columbian utilise également des mesures de brillance, la microscopie optique et la microscopie électronique combinée à une analyse automatique d'image pour compléter les taux CDR et évaluer la qualité d'une dispersion.

 **CRITERES DE DISPERSION -  
CHARGE EN NOIR DE**

## CARBONE

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

Des encres différentes nécessitent des niveaux de dispersion différents. Dans de nombreux cas, les mauvaises performances d'une encre noire peuvent être imputées à une dispersion insuffisante des pigments. Cela montre toute l'importance qu'il y a à obtenir et maintenir de bons niveaux de dispersion.

Une excellente dispersion est nécessaire pour les encres soumises à des exigences strictes en termes d'apparence et de prise. Par exemple, une dispersion parfaite du noir de carbone n'est généralement pas nécessaire pour les encres conventionnelles pour journaux. Cependant, l'obtention d'un bon niveau de broyage (taille des agglomérats < 5  $\mu$ ) permettra de mieux contrôler les propriétés de l'encre, comme le rendement, le ton, la viscosité, la résistance au frottement, etc.

## **QUALITE ET STABILITE DE LA DISPERSION**

Lors de la fabrication d'une dispersion, l'objectif consiste à obtenir une encre conforme aux critères de performances du client. Cependant, il se présente régulièrement des situations dans lesquelles la qualité de la dispersion et la stabilité finale du produit ne permettront pas de délivrer les performances optimales du noir de carbone. Une mauvaise dispersion ou une dispersion instable peut faire apparaître de nombreux problèmes au niveau du produit broyé, de l'encre finale, ou encore de la qualité d'impression obtenue. Nous exposons ci-dessous certains des problèmes les plus couramment rencontrés :

- 1) "Granulation," "granulosité" et "agglomération" sont des termes courants pour décrire l'aspect de petits agglomérats ressemblant à un gel, qui résultent d'une instabilité de la dispersion. L'obtention d'une bonne dispersion par des améliorations mécaniques, des additifs ou d'autres techniques constitue la réponse à ce problème.
- 2) Une mauvaise dispersion réduira l'éclat et la brillance et nuira au rendement d'impression réalisable avec le produit final. Quand les mauvaises performances sont dues à la teneur en résines solides ou à la chimie du

liant, la qualité finale de l'encre pourra être améliorée en coupant rapidement le produit broyé avec un bon liant réducteur. Les problèmes liés à une mauvaise dispersion ne peuvent être résolus qu'en augmentant la durée du broyage ou en optimisant la charge en noir de carbone, puis en procédant à un second broyage.

- 3) La forte viscosité associée à une charge élevée en noir de carbone peut provoquer un dégagement de chaleur excessif pendant le broyage, qui s'avérera néfaste pour des liants sensibles à la chaleur. L'excès de chaleur dégrade la qualité et la stabilité de la dispersion. C'est un effet couramment observé dans la technique de dispersion de copeaux, par exemple la nitrocellulose utilisée pour l'héliogravure. La réduction de la charge ou un contrôle adéquat de la température peut permettre de résoudre ce problème.

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

## **R**APPORT NOIR DE CARBONE /MATIERES SOLIDES DU LIANT

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

Si le vernis pigmenté ou la résine doit être coupé ou réduit avec un solvant ou un diluant (comme cela se pratique couramment pour les encres de rotogravure ou de flexographie), assurez-vous que le milieu de dispersion (la résine ou les matières solides du liant) est présent en quantité suffisante pour conférer une protection colloïdale et une bonne stabilité au noir de carbone **Raven®**, afin d'obtenir des performances de broyage optimales.

## **P**ROBLEMES ET LIMITATIONS DES FORTES CHARGES

De nombreux problèmes peuvent apparaître quand on utilise des charges importantes (plus de 20 %) dans la fabrication d'une dispersion de noir de carbone. S'il est certes souhaitable de travailler avec une charge élevée, la quantité utilisable est également soumise à certaines limites, qui sont décrites dans ce qui suit :

### **VISCOSITÉ DU PRODUIT BROyé**

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

### **RÉSINES SOLIDES**

La quantité de résines solides présente dans le broyeur influence la stabilité finale du produit broyé. La réduction de la teneur en résines solides tend à nuire à la stabilité, car une moindre quantité de résine est disponible pour former une "barrière" stérique entre les agglomérats de noir de carbone. Au fil du temps, les produits broyés présentent des caractéristiques thixotropes accrues, ainsi qu'un épaissement progressif à mesure que la teneur en matières solides dans le liant diminue. Un "remplissage" des tons continus apparaît par suite d'une surcharge de pigment avec des encres fines produites dans ces conditions.

### **CHIMIE DU LIANT**

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

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

Le bon choix d'agents de mouillage et de dispersion efficaces peut apporter des améliorations importantes dans les performances de l'encre. De plus, les fabricants

d'encre doivent penser aux avantages de dispersion et de rhéologie que les noirs post-traités peuvent apporter à leurs applications.

## **P**REMELANGE

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

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

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

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

### **LE PROCÉDE DE PREMELANGE**

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

mélangeur. Le temps de mélange doit être le plus long possible si l'on désire un prémélange intime.

### **CHOISIR UN PREMELANGEUR**

Aujourd'hui, les fabricants d'encres utilisent une grande variété de prémélangeurs, des mélangeurs à grande vitesse de type Cowles aux mélangeurs à pâte de style Baker-Perkins. Les fabricants peuvent choisir entre deux types de prémélangeurs. Soit ils décident de fabriquer leurs produits en une étape, soit ils utilisent un procédé de dispersion de pâte, la concentration en pigment dans la phase dispersée étant alors nettement supérieure à celle de l'encre finale. Chaque producteur effectue son choix en fonction des capacités et des besoins de ses équipements.

Les pâtes pigmentaires présentent généralement une très grande viscosité, que l'on coupe avec des liants appropriés pour obtenir la consistance nécessaire après le traitement. Dans ce type de prémélange, une quantité considérable de dispersion de noir de carbone peut être préparée. Les très grandes concentrations de noir dans les pâtes pigmentaires actuelles nécessitent de hautes températures pour conserver des viscosités utilisables.

### **PREMELANGE, ETC.**

On trouvera ci-dessous quelques aspects à prendre en considération pour le procédé de prémélange :

- 1) Le coupage des pâtes pigmentaires épaisses doit se faire avec le plus grand soin. Le liant et les diluants doivent être ajoutés lentement par petits incréments et avec une agitation permanente afin d'obtenir des mélanges homogènes.
- 2) Une maturation de la pâte pigmentaire prémélangée avant la dispersion en broyeur peut s'avérer très utile, car elle améliore encore le pré-mouillage. Dans ce procédé, cependant, les pertes thermiques doivent être prises en compte. Après la maturation, la surface du noir de carbone peut absorber les agents dispersants et les autres ingrédients du liant et instaurer ainsi un équilibre.
- 3) Il est parfois souhaitable d'utiliser des savons métalliques appropriés, comme des naphthénates de calcium ou de fer, au cours du cycle de prémélange, afin d'éviter l'adsorption des siccatifs dans le produit final.

## **D**ISPERSION

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

### **DISPERSION EN BROYEUR TROIS CYLINDRES**

Pour obtenir la meilleure dispersion du noir de carbone avec des broyeurs de type ouvert comme des broyeurs trois cylindres, plusieurs conditions doivent être réunies. La distance entre les surfaces de cisaillement doit être ajustée et entretenue soigneusement. Un jeu optimal doit être présent pour obtenir une grande brillance, un haut niveau de dispersion et des couleurs de qualité. Un réajustement précis du jeu entre les surfaces de cisaillement est essentiel pour produire une qualité uniforme d'un lot à l'autre.

Les broyeurs trois cylindres sont utilisés couramment pour "terminer" une dispersion, du fait de l'important effet de cisaillement associé à cette technique de broyage. L'utilisation de cet équipement nécessite généralement un bon prémélange, de manière à éviter un "retard" du pigment.

Les fabricants d'encre peuvent utiliser des broyeurs trois cylindres pour traiter des préparations pâteuses de grande viscosité à des températures relativement basses. Cette opération peut servir dans la préparation de pâtes pigmentaires épaisses de type offset - litho. Jusqu'à 50 % de noir de type **Raven® 1255** peuvent être dispersés dans un vernis lithographique chauffé. La charge prémélangée, souvent chaude quand elle traverse le broyeur, produit une pâte pigmentaire épaisse semblable à un miroir.

La formidable dispersion de **Raven® 1255** à forte charge est rendue possible en partie par l'oxygène chimisorbé présent à la surface de ce noir post-traité. Cet oxygène améliore le mouillage et réduit la viscosité.

Quand une pâte de broyeur à rouleau est trop fluide, on peut s'attendre à une moindre efficacité de la dispersion, à moins d'augmenter considérablement la durée du broyage. Avec des encres très fines, des tolérances étroites entre les cylindres seront nécessaires à une bonne dispersion, ce qui peut provoquer une érosion de la surface du broyeur et une évaporation excessive des diluants.

### **DISPERSION A HAUTE PLASTICITE**

L'utilisation de broyeurs deux cylindres fait appel au principe de broyage à haute plasticité. Ces broyeurs se composent de deux cylindres très proches l'un de l'autre, qui changent chacun fréquemment de vitesse de surface. La distance entre les cylindres n'est cependant pas aussi réduite que dans les broyeurs trois cylindres.

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

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

- meilleur mouillage
- haut degré de dispersion du noir de carbone
- haute brillance
- grande charge en pigments dans la pâte pigmentaire
- meilleur développement des couleurs
- une moindre maturation de la pâte pigmentaire est nécessaire
- résultats difficiles à obtenir par d'autres moyens
- efficacité améliorée en termes d'utilisation des agents dispersants

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

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

Les encres pour lithographie, offset, et les autres types d'encres comme la flexographie, l'héliogravure, etc., peuvent employer les produits finaux obtenus à l'issue de ces techniques de dispersion à haute plasticité. L'utilisation du broyeur deux cylindres n'est pas indispensable à ce procédé ; d'autres équipements, comme des broyeurs à sable/grenaille à hautes performances, peuvent également être utilisés de manière tout à fait satisfaisante.

## EXEMPLE - DISPERSIONS A HAUTE PLASTICITE D'ENCRE LIQUIDES

Plusieurs méthodes de base sont disponibles pour fabriquer des encres noires de flexographie, d'héliogravure, ou d'autres encres similaires. Ces dispersions peuvent se faire directement sous la forme d'un liquide dans des broyeurs à billes, des attriteurs ou toute forme de broyeur à grenaille, ou dans une phase solide ou plastique, avec dilution ultérieure dans de grandes quantités de solvant.

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

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

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

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

## DISPERSION PATEUSE (PATE EPAISSE)

Les techniques de dispersion en pâte épaisse sont particulièrement utiles, car elles autorisent l'utilisation de très hautes charges en noir de carbone. Le niveau de dispersion atteint par cette approche est généralement assez mauvais, ce qui rend nécessaire une étape de dispersion supplémentaire dans un autre équipement, par exemple un broyeur trois cylindres. Le point final de la pâte épaisse peut aller d'extrêmement épais à

modérément épais quand on utilise des mélangeurs de type Baker-Perkins de grande puissance. Une fois atteint ce point final (en supposant que des précautions ont été prises pour garantir une teneur en matières solides suffisante dans le liant compte tenu de la quantité de pigment dispersée, et en supposant que cette teneur n'a pas été dégradée par un échauffement excessif), l'étape importante suivante est la dilution ou la réduction de cette masse plastique pour lui conférer une consistance malléable. La dilution de la masse plastique jusqu'à des consistances intermédiaires doit se faire très lentement et avec un soin extrême.

Si le liant de dilution est ajouté trop rapidement, il se forme des grumeaux de masse plastique qui se séparent du reste de la charge. Ces grumeaux roulent comme des billes dans l'huile et sont très difficiles à briser pour revenir à une masse homogène. De nombreuses heures de travail, ainsi que les pertes de production résultant d'une dilution incomplète, peuvent être évitées si l'on consent à investir un temps suffisant dans des techniques de coupage appropriées.

## DISPERSION EN BROUYEUR À BILLES

Le broyeur à billes jouit d'un statut important dans les techniques de production des encres. La forme perlée des noirs de carbone, développée et introduite par Columbian Chemicals Company, a encore renforcé le succès du broyeur à billes pour disperser les noirs de carbone, pas seulement pour les fabricants d'encres.

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

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

Le broyeur à billes est utilisé principalement dans la fabrication des types d'encres suivants :

- 1) Journaux
- 2) Flexographie
- 3) Héliogravure

- 4) Publication
- 5) Cire pour papier carbone
- 6) Ruban

## LIMITATIONS DU BROYEUR A BILLES

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

Le noir de carbone est disponible sous forme perlée dans pratiquement tous les grades d'encre **Raven®** de Columbian.

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

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

Les valeurs de la viscosité et du rendement de la charge en cours de dispersion constituent les facteurs les plus importants à prendre en compte avec les broyeurs à billes et à galets. On suppose ici que la conception des garnitures, des déflecteurs, la taille de la charge et les bonnes billes ou les bons galets ont été correctement choisis, et qu'on contrôle la température et la vitesse. Si l'encre ou la pâte pigmentaire est trop épaisse, les corps broyants n'établiront pas un contact correct, ils ne retomberont pas en cascade de la bonne manière et les perles ou la poudre de noir de carbone ne seront pas dispersées. Inversement, si la charge est trop fluide, les billes ou les galets se frotteront les uns aux autres et seront peu efficaces en termes de dispersion. Par ailleurs, cela peut également entraîner une contamination du fait de l'usure des corps broyants.

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

Ce point de départ doit cependant être ajusté localement à un niveau supérieur ou inférieur, en fonction des nombreux facteurs concernés, notamment le type de liant, le comportement dans différentes conditions de température, le type de noir en liaison avec le liant, et de nombreuses autres considérations. Certaines pâtes dispersées peuvent contenir des liants présentant une viscosité initiale élevée et qui conservent assez bien cette viscosité à plus haute température. D'autres, comme les cires, peuvent avoir à haute température un comportement proche de celui de l'eau.

## FORMULATION POUR UNE VISCOSITE IDEALE EN BROYEUR A BILLES

### Méthode du point d'écoulement de Daniel - F.K.

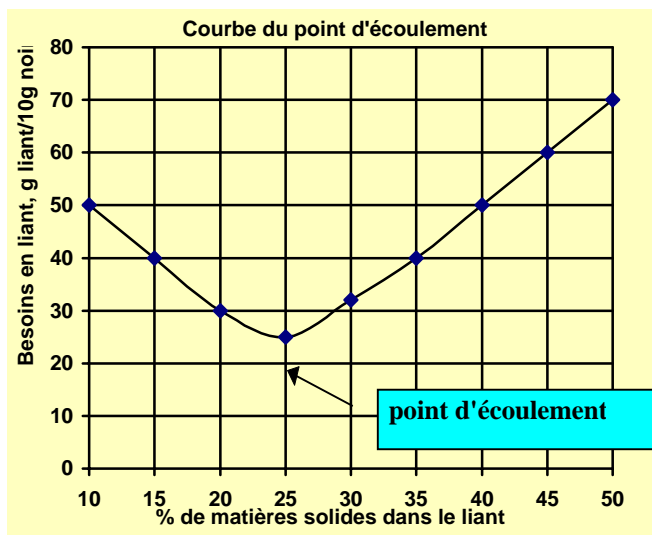
Daniel a développé une méthode pour optimiser à la fois la concentration en pigment et la teneur en matières solides dans le liant dans le contexte d'un broyage à billes. Pour les pigments comme TiO<sub>2</sub>, la méthode applique une agitation simple pour incorporer le pigment dans un liant contenant toute une gamme de constituants solides. L'essai nécessite d'ajouter lentement le liant jusqu'à obtention de l'écoulement.

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

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

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

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



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

**Détermination du point d'écoulement** - La méthode de Daniel doit être modifiée pour le noir de carbone, du fait de la grande variation de la surface spécifique accessible à mesure que l'on disperse le noir de carbone. Pour déterminer le "point d'écoulement" d'un noir de carbone, il convient de conduire l'essai dans un petit broyeur à disques à dessus ouvert, avec un pot d'une pinte, du sable ou de la grenaille et un mélangeur à grande vitesse équipé d'un disque de 2 pouces.

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

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

réduire les risques de floculation pendant le stockage ou la dilution.

Contrôler la température revêt également une grande importance pour trouver la bonne formulation. Si la préparation nécessite une baisse de la viscosité par la chaleur, ce qui est vrai dans de nombreux cas importants, le contrôle de la température doit être adapté. Si la température n'est pas maintenue uniformément élevée, on risque d'assister à un épaississement de la charge et à une dégradation de la dispersion.

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

## EXEMPLE - PREPARATION D'ENCRE TYPOGRAPHIQUES DANS DES BROYEURS A BILLES EN ACIER

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

Il n'est pas nécessaire de fabriquer ici une dispersion parfaite, car la brillance n'est pas un facteur déterminant en typographie. Entre le papier utilisé, du papier journal, et sa surface de piètre qualité, on ne saurait exiger une impression de qualité supérieure. Afin de réduire les coûts de production, la dispersion du noir perlé devra durer le moins longtemps possible.

Les noirs de carbone perlés à l'huile comme **Raven® 680 OB** et **Raven® 825 OB** pour encres typographiques sont recommandés pour les raisons suivantes :

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

Lors de la production d'encres typographiques, il est conseillé de mélanger de la poix de résidus pétroliers à une huile minérale afin d'exploiter tous les avantages de l'effet dispersant, ainsi que d'une viscosité abaissée et

d'une fluidité accrue, qui jouent un rôle très important dans cette opération. C'est la même procédure que celle employée par les premiers fabricants d'encre pour fabriquer le "vernis à réduire" -- huile minérale plus poix -- qui était mélangé en chauffant les deux ingrédients. Cette méthode peut servir en broyage à billes et peut être préparée à l'avance en vue de son introduction ultérieure dans le broyeur.

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

**Déterminer le point final** - Le point final du cycle de dispersion correspond au moment où le noir est dispersé avec la finesse requise, suivant les besoins du client. Pour ceux qui découvrent ce genre de techniques, il convient de prélever des échantillons dans le broyeur à divers intervalles, en commençant après quatre heures de broyage. D'autres vérifications doivent être pratiquées périodiquement jusqu'à atteindre la qualité de dispersion recherchée, qui garantit une uniformité raisonnable du produit. Le niveau de broyage peut être déterminé à l'aide de jauges de broyage et/ou par filtration, afin de déterminer si un niveau de résidus donné a été atteint.

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

## **EXEMPLE - PREPARATION D'ENCRE A LA CIRE ET AU NOIR DE CARBONE DANS DES BROYEURS A BILLES**

La dispersion de noir de carbone dans des encres à la paraffine nécessite des températures élevées pour obtenir un état fluide. Au moment d'introduire les matières premières dans le procédé, il est impératif de veiller à un contrôle étroit de la température. Cette chaleur est nécessaire pour faire fondre la cire de carnauba et les autres cires présentes dans le mélange.

Des températures de 90°C ou plus peuvent être employées, sauf dans le cas de toners organiques sensibles à la chaleur. Les liants chauds ou brûlants

mouillent mieux le noir de carbone et accélèrent la dispersion.

Comme on peut utiliser des températures de broyages élevées, il est possible d'augmenter encore la charge en noir. Ces températures élevées induisent également une plus grande fluidité du liant et améliorent donc l'efficacité du broyage et le retrait de la charge. Grâce à ces hautes températures, et à l'amélioration du mouillage et de la dispersion qu'elles permettent, il est possible de travailler avec des viscosités légèrement supérieures.

Dans ce procédé, les limites de température doivent être suffisamment hautes pour que les cires restent dans un état très liquide, et suffisamment basses pour empêcher la décomposition des toners organiques solubles et des autres pigments sensibles à la chaleur. Il convient cependant d'éviter un échauffement excessif des cires.

## **PREPARATION DE LA CIRE FONDUE POUR LE BROYAGE**

Plusieurs procédés sont envisageables pour préparer la cire fondue en vue du broyage.

La première option consiste à fondre les cires, puis à ajouter les huiles, le noir de carbone **Raven®**, les charges et les autres ingrédients de la formule ; puis on agite soigneusement jusqu'à obtenir un mouillage complet et un mélange intime.

Lorsqu'on prépare des encres à la cire qui contiendront des toners à l'acide oléique et au violet de gentiane ou d'autres toners organiques, les températures supérieures à 90 °C peuvent entraîner une décomposition du toner. Ce risque existe dans des formulations importantes où le toner violet de gentiane-acide oléique ou son équivalent constitue un excellent agent dispersant. Cette formulation produit des viscosités inférieures et une meilleure fluidité dans le broyeur pendant le cycle de dispersion.

On peut ensuite verser le mélange dans le broyeur à billes chauffé, ou le pomper vers un milieu chaud. Jusqu'à 20 parts ou plus de noir perlé peuvent être incorporées, selon le type de noir, la formule, le grade du carbone et le papier à enduire.

Pour dissoudre un pigment soluble à l'huile ou à la cire dans la cire de carnauba avant le cycle de broyage, maintenir dès le départ une température basse.

Pour le **broyage à billes**, une autre méthode de chargement du broyeur consiste à verser d'abord les cires fondues et les huiles, puis le noir de carbone **Raven®**.

Après avoir ramené la température à un niveau sûr, on ajoute la solution d'acide oléique et les pigments organiques. Cette procédure évitera tout risque de décomposition.

Une autre méthode consiste également à charger les cires et les huiles solides dans un broyeur à billes, à faire fondre les cires, puis à ajouter le noir de carbone.

Les températures des broyeurs à billes doivent être surveillées étroitement afin d'éviter la formation de vapeur dans la charge. La température devra donc être réduite quand les cires seront fondues. Enfin, préchauffer les pigments dans la fusion pendant un certain temps avant le broyage permettra d'évaporer l'humidité, car les cires mouilleront préférentiellement la surface du noir et la libéreront de l'humidité absorbée.

Une autre conséquence néfaste d'une température excessive est le **moussage**. Si les températures de broyage sont trop élevées, les faibles quantités d'humidité introduites avec les pigments ou avec d'autres matériaux peuvent induire des problèmes graves lorsqu'on ouvrira le couvercle de sortie du broyeur pour en extraire le produit. La mousse de cire fondue chaude jaillira sous l'effet de la pression, d'où des problèmes de sécurité et de propreté, qu'il est cependant possible d'atténuer en coupant le chauffage au moins une heure avant de prélever le produit.

Une température constante et contrôlée permet de résoudre bien des problèmes avant qu'ils surviennent.

## COUPAGE OU REDUCTION DES PATES BROYEES

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

Même si l'on a employé les meilleures techniques pour les étapes précédentes de la fabrication, il est encore possible de ruiner complètement tout le travail réalisé par un mauvais coupage de la pâte pour donner l'encre finale. Voici quelques manières de ne pas en arriver là :

- 1) Si la pâte pigmentaire est visqueuse, le coupage doit se faire lentement, en ajoutant le liant réducteur par petites quantités. On risque sinon de former des gros grumeaux ou des très petits grains de pâte ressemblant à un gel, qui sont très difficiles à briser. Ceux-ci produisent ensuite une surface rugueuse, des encres sales, un "remplissage" et d'autres problèmes d'impression.
- 2) Qu'on utilise une pâte fluide ou une pâte épaisse, il ne faut jamais ajouter le liant réducteur trop rapidement. Un choc colloïdal pourrait se produire, provoquant une floculation du pigment, la perte de la couleur ou une nuance brune, ou encore une combinaison des trois.
- 3) Le pâte normale doit être agitée ou broyée continuellement pour la garder molle, tout en ajoutant simultanément le liant réducteur.
- 4) Contrôler soigneusement la température de la pâte ou du vernis réducteur. Ne pas ajouter un vernis réducteur froid à une pâte chaude ou brûlante. Il en résulterait de la floculation, une perte de couleur, etc., par suite d'un choc colloïdal. Cette situation est particulièrement vraie par temps froid, quand l'opérateur prend le vernis réducteur dans l'entrepôt ou dans un magasin extérieur à une température nettement inférieure à celle de la charge à réduire.
- 5) Ne pas stocker trop longtemps les pâtes fortement pigmentées car, dans la plupart des cas, le liant utilisé n'est pas un bon stabilisant colloïdal compte tenu des critères de performances. La pâte risquerait de se décanter ou de se gélifier, sans compter les risques de floculation ou d'agglomération du noir. Dans ce cas, il est plus sûr de couper le produit le plus tôt possible après le broyage. Cela est vrai également pour un bon liant dispersant en cas de sur-pigmentation.
- 6) Le choix d'une résine ou d'un liant réducteur doit être évalué avec beaucoup de soin, en n'oubliant jamais les spécifications du produit final. Toujours employer le meilleur liant, en veillant à ce qu'il soit propre et exempt de fines particules de gel, de résine brûlée et de toute autre contamination.

Une telle contamination peut provoquer parfois une "granulosité", "saleté", "grain", etc., qui, après maturation, provoquera des impressions irrégulières et sales provoquées par un effet de "remplissage". Avec les encres noires brillantes de tout type, cette rugosité de surface est nettement plus visible qu'avec toutes les autres couleurs.

- 7) Dans certains systèmes d'encre utilisant des solvants et des diluants, une combinaison ne contenant pas en solution les matières solides et les résines ne devra pas être utilisée. Dans le cas contraire, il pourrait se produire en effet un "rejet" ou une "floculation" des matières solides du liant, emportant avec elles le pigment. Même s'il n'est pas observé pendant la production, le "rejet" peut apparaître pendant le stockage chez le client ou dans l'usine.

Par temps chaud, on peut ne pas le remarquer du tout, ni chez le fabricant, ni chez le client, mais par temps froid, la floculation intervient au cours d'un transport ou dans l'entrepôt froid du client. Cette situation doit faire l'objet d'une surveillance étroite dans les encres d'héliogravure, de flexographie et les autres encres contenant des solvants. Ce "rejet" du pigment peut également être dû à un excès de solvant.

## **CHOC COLLOÏDAL**

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

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

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

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

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

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

## **DILUTION DES SYSTÈMES AQUEUX**

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

### **DIRECTIVES POUR DILUER LES SYSTEMES AQUEUX**

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

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

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

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

## **N**OIRS EN PERLES

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

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

Les charges fabriquées à partir de noirs en perles doivent être traitées de la même manière que pour les pâtes pigmentaires offset extrêmement épaisses. Des forces de cisaillement importantes et un grand apport d'énergie sont nécessaires à la réussite.

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

### **NOIRS DE CARBONE RAVEN® NORTH BEND**

<b>Raven® 1255</b>	<b>Raven® 1200</b>
<b>Raven® 1170</b>	<b>Raven® 1100 Ultra®</b>
<b>Raven® 1060 Ultra®</b>	<b>Raven® 1040</b>
<b>Raven® 1035</b>	<b>Raven® 1020</b>
<b>Raven® 1000</b>	<b>Raven® 860 Ultra®</b>
<b>Raven® 850</b>	<b>Raven® 760 Ultra®</b>
<b>Raven® 450</b>	

Pour accroître la dispersibilité de certains noirs, les perles sont fabriquées avec de l'huile. Des huiles spécialement choisies pour leur capacité à servir d'agent mouillant dans les systèmes où elles sont incorporées sont ajoutées au noir pendant la formation des perles. **Raven® 680** et **Raven® 825** sont tous deux des noirs de carbone perlés à l'huile.

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

### **EXEMPLE - UTILISATION DE PERLES DANS LES ENCRES LIQUIDES - PRETREMPEGE**

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

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

## **S**ERVICE CLIENTELE

Chez Columbian Chemicals Company, nous sommes fiers de vous fournir les informations et l'assistance dont vous avez besoin pour utiliser au mieux vos noirs de carbone **Raven®**. Nous nous engageons à fournir à tous nos clients des services, des informations et une assistance du meilleur niveau, tout en fabricant les meilleurs noirs de carbone au monde.

Nous sommes à l'écoute de toutes vos questions et de vos besoins d'assistance, qu'il s'agisse des procédés ou des produits mentionnés dans cette brochure. N'hésitez

pas à nous appeler et dites nous en quoi nous pouvons vous être utiles.