HAL
open science

Étude et optimisation de l'imprimabilité de films PVC produits par calandrage et enduction

Romain Magnier

▶ **To cite this version:**

Romain Magnier. Étude et optimisation de l'imprimabilité de films PVC produits par calandrage et enduction. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. NNT : 2015ENMP0005 . tel-01145894

HAL Id: tel-01145894

https://pastel.hal.science/tel-01145894v1

Submitted on 27 Apr 2015

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.

Ecole doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et Génie des Matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Romain MAGNIER

le 10 avril 2015

ETUDE ET OPTIMISATION DE L'IMPRIMABILITE DE FILMS PVC PRODUITS PAR CALANDRAGE ET ENDUCTION

Directeurs de thèse : **Bruno VERGNES – Evelyne DARQUE-CERETTI**

Jury

Mme Anne BLAYO, Enseignant-Chercheur, INP Pagora, Grenoble	Rapporteur
M. Jean-François CHAILAN, Professeur, Université de Toulon	Rapporteur
Mme Evelyne DARQUE-CERETTI, Maître de recherche, CEMEF, MINES ParisTech	Examinateur
M. Klaas KACKMANN-SCHNEIDER, Ingénieur, Group R&D Center, Tarkett	Invité
M. Jacques PERSELLO, Professeur, Université de Nice Sophia-Antipolis	Président
M. Jean-Pascal PHILIBERT, Ingénieur, ITECH, Lyon	Examinateur
M. Bruno VERGNES. Directeur de recherche. CEMEF. MINES ParisTech	Examinateur

T H E S E

MINES ParisTech
Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF)
1 rue Claude Daunesse, C.S. 10207, F-06904 Sophia Antipolis Cedex

Remerciements

Ce travail de thèse n'aurait jamais vu le jour sans l'apport de nombreuses personnes.

Je tiens en premier lieu à remercier les deux personnes qui ont supervisé ce travail pour Tarkett GDL : Richard Peres et Klaas Kackmann Schneider, sous l'égide d'Anne-Christine Ayed. Ils m'ont donné l'opportunité, à la suite de mon stage de Mastère spécialisé MATMEF sur le procédé de calandrage, de découvrir un procédé qui recouvre de larges domaines scientifiques (rhéologie de fluides et interactions liquide/solide, notamment), ainsi que d'avoir un lien fort entre production et recherche scientifique.

Ensuite, je souhaite remercier mes deux directeurs de thèse, Bruno Vergnes et Evelyne Darque-Ceretti, qui m'ont soutenu scientifiquement et moralement tout au long de ces trois années et qui, par leurs expertises toujours très justes, ont permis à ce projet d'aboutir.

Je souhaite vivement remercier l'ensemble des personnes qui m'ont fait l'honneur d'accepter de faire partie de mon jury de thèse : le président, Monsieur Jacques Persello, de l'Université de Nice Sophia-Antipolis, les rapporteurs, Madame Anne Blayo, de l'INP Pagora Grenoble, et Monsieur Jean-François Chailan, de l'Université de Toulon, ainsi que Monsieur Jean-Pascal Philibert, de l'ITECH Lyon.

Cela dit, un doctorant et ses encadrants ne suffisant pas pour réussir une thèse, mes remerciements vont ensuite à l'ensemble des personnes avec qui j'ai travaillé.

Au sein de Tarkett, je souhaite remercier le responsable de la ligne pilote, Johnny Poncin, qui a permis une organisation des essais d'impression sans faille. Par ailleurs, je souhaite remercier l'ensemble des ingénieurs, techniciens et opérateurs de l'usine pilote de Wiltz, particulièrement Pierre Bastin, Diego Gourdin, Luc Forget, Jean-François Courtoy, Anne-Sophie Hubert, Daniel Guebel, Miguel Beuls, Patrice Godfroid, Roland Steines, Alain Sonnet, Michel Tabar, Jean Raach, André Zeler, Frédéric Francis, Philippe Caseau, Francis Forman. Leur expertise, leur savoir-faire et leur aide pour les essais d'impression, de la préparation aux premières analyses, ont été précieux et, de plus, leur qualité en tant que personne a été une valeur ajoutée à ce travail.

Au sein du CEMEF, je souhaite remercier l'ensemble des personnes avec qui j'ai pu travailler ou juste échanger, particulièrement Frédéric Georgi, pour sa maîtrise de l'XPS et du goniomètre de mouillage, Suzanne Jacomet pour ses grandes connaissances du MEB, Bernard Monasse, avec qui j'ai pu avoir des discussions très constructives sur le rugosimètre confocal, Rudy Valette pour nos discussions autour de la rhéologie des encres, et Jean-François Agassant, mon encadrant lors de mon stage de Mastère spécialisé, et qui a toujours été là pour de précieuses discussions, notamment sur le procédé d'héliogravure. Mes remerciements vont également à mes collègues doctorants, post-docs ou stagiaires, qui ont

évolué au CEMEF pendant ces quelques années. Je pense à Margot, Stéphanie, Ghina, Antoine, Dorian, Xavier, Jérémy, Ali, Sabrina, Coraly, Romain, Margaux, Chiara, et aussi Yamina, qui travaille également pour Tarkett et avec qui j'ai eu de nombreuses discussions intéressantes ! Enfin, je souhaite remercier chaleureusement Marie-Françoise Guénégan, qui a toujours été présente dans les moments plus difficiles par sa capacité à remonter le moral et à toujours garder le sourire.

Enfin, je souhaite vivement remercier quelques personnes en particulier. Tout d'abord merci Papa, merci Maman, à qui je dois un soutien et une confiance sans faille tout au long de ma vie, et sans qui je n'en serai pas là aujourd'hui. Je leur exprime ma reconnaissance éternelle. Reconnaissance éternelle également à Mamie, qui m'a apporté un grand soutien moral et tout son optimisme dans tout ce que j'ai entrepris au cours de ma vie, et sans qui également il m'aurait été difficile d'atteindre un tel niveau d'études. Pour terminer, je veux exprimer tout mon amour à Masha, qui, à chaque instant, et ce malgré la distance et des moments difficiles, a su me motiver, m'encourager et me prouver que lorsque l'on désire ardemment quelque chose et que l'on met tout en œuvre pour y arriver, on est toujours récompensé. Que cette philosophie puisse être présente en moi à jamais !

«Un pessimiste voit la difficulté dans chaque opportunité; un optimiste voit l'opportunité dans chaque difficulté»

Winston S. Churchill

Table des matières

Remerciements ..... **i**

Notations ..... **ix**

1. Introduction générale : contexte et problématique **1**

1.1. L'impression : un enjeu majeur **3**
1.2. Le procédé d'héliogravure et la qualité d'impression **3**
1.2.1. Le principe du procédé 3
1.2.2. Description du procédé 3
1.2.3. Le procédé d'héliogravure dans la ligne de production 10
1.3. Les problèmes rencontrés en impression avec le procédé d'héliogravure **11**
1.3.1. Les défauts dits « locaux » 11
1.3.2. Les défauts dits « d'aspect général » 13
1.4. La qualité d'impression : définition **13**
1.5. Les objectifs de l'étude **14**

2. Etat de l'art **17**

2.1. Les procédés d'impression **19**
2.1.1. La sérigraphie 19
2.1.2. La flexographie 19
2.1.3. L'offset 20
2.2. Description sommaire des étapes de l'impression par héliogravure **21**
2.2.1. La remontée le long du cylindre 21
2.2.2. Le raclage de l'excès d'encre 23
2.2.3. Le transfert de l'encre sur le support – présentation 28
2.3. Influence des paramètres procédés sur l'imprimabilité **31**
2.3.1. Influence des cellules du cylindre encreur sur l'imprimabilité 31
2.3.2. Vitesse d'impression 34
2.3.3. Pression du cylindre presseur 36
2.3.4. Raclage de l'excès d'encre 39

2.3.5. La température de séchage 39
2.4. Influence des paramètres matériaux sur la qualité d'impression 42
2.4.1. Les paramètres inhérents à l'encre 42
2.4.2. Les paramètres inhérents au support à imprimer 46
2.4.3. Les interactions encre/support 47
2.5. Bilan du chapitre 2 49

3. Matériaux et dispositifs expérimentaux 51

3.1. Les dispositifs expérimentaux 53
3.1.1. Essais d'impression 53
3.1.2. Caractérisation des matériaux 56
3.1.3. Quantification de la qualité d'impression 63
3.2. Les matériaux utilisés pour l'étude 72
3.2.1. Les supports 72
3.2.2. Les encres 76
3.2.3. Les interactions encre/support 94
3.3. Bilan du chapitre 3 96

4. Résultats et discussion sur la qualité d'impression 97

4.1. Méthodologie des essais d'impression 99
4.2. Influence des paramètres procédés sur la qualité d'impression 99
4.2.1. La vitesse d'impression 100
4.2.2. La pression du cylindre presseur 105
4.2.3. L'angle de raclage 109
4.2.4. La température de séchage 113
4.2.5. La dimension des cellules 116
4.2.6. Bilan partiel 120
4.3. Influence des propriétés des encres sur la qualité d'impression 124
4.3.1. Le comportement rhéologique de l'encre 124
4.3.2. La tension de surface de l'encre 128
4.3.3. Bilan partiel 132
4.4. Influence des propriétés des supports sur la qualité d'impression 132
4.4.1. L'épaisseur du support 132

4.4.2. La compressibilité / l'état de surface 135
4.5. Bilan du chapitre 4 138

5. Observation et mesure du mécanisme de transfert de l'encre du cylindre encreur sur le support 141

5.1. Le principe de l'essai 143
5.2. Le montage 143
5.2.1. Machine de traction ZWICK BZ 2.5/TH1S 144
5.2.2. Bloc en acier usiné sur lequel figurent les cellules 144
5.2.3. Le support à imprimer 146
5.2.4. Caméra rapide. 146
5.3. Conditions expérimentales et exemple d'observation 146
5.3.1. Conditions opératoires 146
5.3.2. Séquence vidéo 146
5.3.3. Résultats de mesure 147
5.4. Influence des principaux paramètres sur le transfert de l'encre 149
5.4.1. Influence de la tension de surface de l'encre 149
5.4.2. Influence du comportement rhéologique de l'encre 153
5.5. Bilan du chapitre 5 157

6. Conclusions et perspectives 159

Conclusions 159
Perspectives 161

Références bibliographiques 163

Notations

a	demi-largeur de contact entre deux cylindres
a_T	facteur de glissement
Ca	nombre capillaire
D_1	diamètre du mobile du dispositif Brookfield
D_2	diamètre du récipient du dispositif Brookfield
$E(I)dI$	nombre de pixels entre I et dI
E^*	module élastique réduit
E_1	module élastique du cylindre 1
E_2	module élastique du cylindre 2
F	force appliquée d'un cylindre sur l'autre
F_c	force d'entraînement de la plaque
F_d	effort impulsion fluide + effort hydrodynamique
F_e	effort extérieur agissant sur la racle
F_h	effort hydrodynamique
F_i	effort impulsion fluide
G^*	module de rigidité complexe
G'	module de recouvrement
G''	module de perte
H	entrefer entre deux plaques
h_0	épaisseur d'encre entraînée lors de la remontée du cylindre
h_1	épaisseur d'encre passant sous la racle
I	intensité mesurée (%)
K	consistance d'un matériau ($Pa.s^m$)
L	longueur du cylindre
m	indice de pseudoplasticité
p_0	pression maximale dans le contact
p_m	pression moyenne dans le contact
q_m	débit de matière arrivant sur la racle
r	rayon du point dans l'entrefer des cylindres coaxiaux
R	constante des gaz parfaits
R_1	rayon du cylindre 1
R_2	rayon du cylindre 2
R_a	indice de rugosité d'une surface
Re	nombre de Reynolds
R_{eq}	rayon équivalent
R_{EP}, R_{EC}	rayons des cylindres presseur et encreur
R_{g0}	rayon de courbure au sommet O de la goutte
R_{g1} et R_{g2}	rayons de courbure principaux du point M de coordonnées (x,y)
R_{int}, R_{ext}	rayons des cylindres intérieur et extérieur
S_p	surface des plaques
T_0	température référence
U	vitesse linéaire de la plaque mobile
$\vec{U}$	vecteur vitesse linéaire des cylindres presseur et encreur
v	vitesse tangentielle dans l'entre des cylindres coaxiaux
V_0	vitesse linéaire du cylindre graveur

V_R	vitesse de rotation du mobile du dispositif Brookfield
W	travail d'adhésion
γ	angle de remontée du cylindre
α	angle de raclage
$\dot{\gamma}$	taux de cisaillement
γ_0	amplitude de déformation
γ_{SL}	tension interfaciale solide/liquide
γ_{SV}	tension interfaciale solide/vapeur
γ_{VL}	tension de surface du liquide considéré
δ	déphasage
η	viscosité dynamique du liquide considéré
η^*	viscosité complexe du liquide considéré
θ	angle entre la tangente à la goutte pendante et l'axe horizontal
ν_1	coefficient de Poisson du cylindre 1
ν_2	coefficient de Poisson du cylindre 2
ρ	masse volumique du liquide considéré
$\Delta\rho$	valeur absolue de la différence entre la masse volumique de la goutte et la masse volumique à l'extérieur de la goutte
σ	variance
τ	contrainte de cisaillement
τ_0	amplitude de contrainte
φ	angle de contact
Φ	ratio de fluide transféré sur le support
ω	fréquence angulaire (rad.s^{-1})

1. Introduction générale : contexte et problématique

This chapter introduces the general context of the PhD. Printing applications represent a very important issue for Tarkett, which wishes to improve the quality of their floors. The process used to print is called the rotogravure process. It is made up of a reservoir for the ink, an engraved cylinder, which transports the ink, helped by a flexible blade, to the substrate to print. The contact is secured with a pressure roll.

Ink, substrate, and process act on the printability. It is thus very important to control these parameters in order to get the best printing quality.

The production in Tarkett shows sometimes defects: punctual defects, as printing lines or random points, and general aspect defects, whose most important is called "smearing" by Tarkett: it is a coalescence of ink droplets. The main objective of the PhD is to determine the influences of all the parameters acting on the quality, and to define how to optimize the printing quality.

1.1. L'impression : un enjeu majeur 3
1.2. Le procédé d'héliogravure et la qualité d'impression 3
1.2.1. Le principe du procédé 3
1.2.2. Description du procédé 3
1.2.3. Le procédé d'héliogravure dans la ligne de production 10
1.3. Les problèmes rencontrés en impression avec le procédé d'héliogravure 11
1.3.1. Les défauts dits « ponctuels » 11
1.3.2. Les défauts dits « d'aspect général » 13
1.4. La qualité d'impression : définition 13
1.5. Les objectifs de l'étude 14

1.1. L'impression : un enjeu majeur

L'entreprise Tarkett, née en 1886, puis rachetée par le groupe Sommer-Allibert en 1972 (qui reprendra le nom de Tarkett), est un leader mondial du développement et de la production de revêtements de sol et de surfaces sportives. L'entreprise est en relation avec de nombreux marchés comme le médical, les enceintes sportives, l'équipement d'entreprises et de particuliers et, en ce sens, se doit de relever chaque jour le défi de l'innovation vers l'excellence : l'excellence dans les supports produits (mis en forme par calandrage ou enduction), qui doivent résister au temps et posséder des propriétés mécaniques leur permettant de rester efficaces, ainsi que l'excellence dans l'aspect visuel des revêtements. L'aspect visuel est directement lié à l'impression de ces revêtements de sol et il se doit d'atteindre une qualité optimale.

Le procédé d'impression habituellement utilisé chez Tarkett est le procédé d'héliogravure, car il permet la production en grande quantité avec un très bon rendement. Sa maîtrise est donc indispensable à la production d'un film imprimé final de qualité.

1.2. Le procédé d'héliogravure et la qualité d'impression

1.2.1. Le principe du procédé

Au cours de ce travail de thèse, nous avons utilisé un procédé d'impression spécifique aux revêtements de sol : l'*héliogravure* (Fig. 1-1). Le principe est le transfert d'une encre sur un support (ou substrat) sous forme de feuille. Ce transfert s'effectue via un cylindre encreur, dont la surface présente de nombreuses alvéoles (ou cellules, ou cavités). Les alvéoles sont réparties et dimensionnées de façon à respecter un motif souhaité.

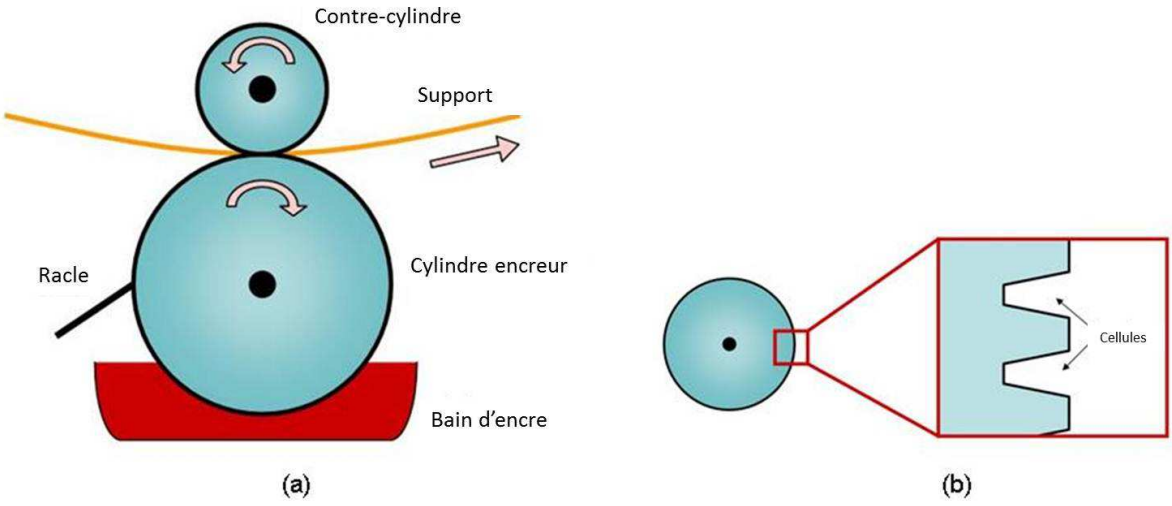


Figure 1-1 - Procédé d'héliogravure : (a) principe et (b) représentation des alvéoles sur le cylindre encreur

1.2.2. Description du procédé

1.2.2.1. Un peu d'histoire

Les bases du procédé d'héliogravure, et plus généralement des procédés photomécaniques, sont dues à Nicéphore Niépce et Louis Daguerre qui, en 1826, découvrirent les propriétés

photosensibles du bitume dit de « Judée » (bitume qui existait à l'état naturel sur les bords de la mer Morte). Au cours du demi-siècle suivant, le procédé sera développé notamment par :

- Louis Daguerre et Nicéphore Niépce : en 1835 naissent les « daguerrotypes » : ce type de procédé photographique reproduit une image sans négatif sur une plaque en argent.
- William H.F. Talbot : ce scientifique britannique développe en 1841 les « calotypes » (du grec « kalos », beau et « typos », impression). Il permit d'obtenir un négatif sur un papier glacé enduit d'une couche photosensible. Ce procédé est la base de la photographie argentique moderne.
- Adolphe Poitevin va, quant à lui, obtenir des négatifs sur la surface d'une pierre lithographique : c'est la « lithophotographie ».

C'est le peintre et photographe tchèque Karl Klietsch qui, en 1878, abouti au procédé d'héliogravure au grain et obtint des images au dégradé fin à partir de plaques gravées. Il utilise le bitume de Judée en le saupoudrant sur une plaque de cuivre. Ensuite il chauffe la plaque pour avoir une surface granuleuse qu'il enduit avec une couche de gélatine. Après séchage, il reproduit par insolation à la lumière l'image d'une photographie sur un papier translucide. Les parties non soumises à la lumière sont dissoutes à l'eau (zones d'ombres du motif). La plaque est traitée avec une solution de perchlorure de fer, ce qui laisse apparaître en creux les zones d'ombre du motif. La plaque est encrée puis raclée, et le dessin est imprimé sur une presse de taille-douce (rouleau recouvert du support à imprimer, qui est entraîné en rotation le long de la plaque en creux).

Le développement du procédé mènera ensuite jusqu'à son utilisation industrielle, qui connait un essor formidable entre 1885 et 1910 et l'utilisation de rouleau pour imprimer en continu fit son apparition.

1.2.2.2. Composition du procédé d'héliogravure

Les principaux éléments constituant le procédé d'héliogravure (Fig. 1-1 a) sont :

- Le cylindre encreur ;
- La racle ;
- Le cylindre presseur.

En production, ce procédé est mis en série (Fig. 1-10) afin d'imprimer plusieurs couleurs et d'obtenir le design souhaité.

i. Le cylindre encreur

La qualité d'un produit imprimé dépend directement de la construction du cylindre encreur. La plupart des cylindres sont en acier, cependant les fabricants d'emballage ou de revêtements préfèrent utiliser des cylindres à base d'aluminium car ils sont plus légers et moins chers. Ces cylindres sont recouverts d'une couche de chrome (quelques micromètres)..

- *Le cylindre encreur dans le procédé d'impression*

Le cylindre, entraîné en rotation, plonge dans un bain d'encre, ce qui d'une part assure un mélange constant de la formulation d'encre et, d'autre part, permet le remplissage des cellules. Il persistera une couche d'encre d'épaisseur environ 0,5-1 mm sur la surface du cylindre en sortie de bain.

- *Les traitements du cylindre encreur*

Le cylindre en acier (ou aluminium) est recouvert par une fine couche de cuivre déposée par électrolyse (bain de sulfate de cuivre et d'acide sulfurique – Fig. 1-2). Cette couche de cuivre est ensuite polie, puis gravée. Cependant, il s'avère que le cuivre est un matériau trop « tendre » pour supporter l'impression (module élastique du cuivre : 124 GPa). Ainsi, une couche de chrome est déposée (dont le module élastique est de 289 GPa) en passant le cylindre en rotation dans un bain électrolytique.

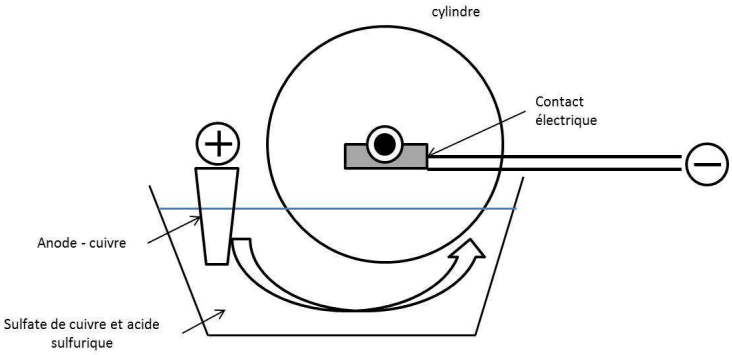


Figure 1-2 - Diagramme du procédé d'électroplaquage

- *La gravure des cellules*

L'obtention des cellules peut se faire par plusieurs moyens (Blasche, 1993) :

- <u>La gravure électromécanique :</u> La gravure se fait par une pointe de diamant produisant des impacts en forme de losange (Fig. 1-3).

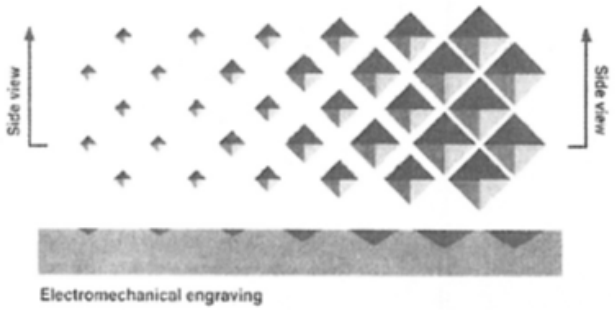


Figure 1-3 - Gravure électromécanique des cylindres (Blasche, 1993)

La tête de gravure est fixée sur un stylet qui vibre à plusieurs milliers d'hertz. La vibration du stylet est automatisée afin d'avoir sur le cylindre des cellules de différentes profondeur, pour bien respecter un motif voulu (la profondeur des cellules agit sur la teinte de couleur obtenue sur l'image imprimée finale).

Dans le cas d'une gravure électromécanique, on peut noter que, généralement, la « pointe » du losange gravé est dans le sens de l'impression (Fig. 1-3). Cela s'explique par le fait que la pointe de la cellule va entrer en contact avec le support en premier et ainsi le transfert de l'encre sera « progressif » et évitera un étalement trop important de l'encre sur le support et ainsi une éventuelle instabilité dans l'impression (Bery, 1985).

- La gravure au laser : cette technique a été introduite à la fin des années 1990. La couche de cuivre des cylindres (utilisée pour la gravure électromécanique) est ici remplacée par une couche de zinc. Le faisceau laser est directement appliqué sur la couche de zinc (environ 70000 cellules par seconde, soit 10 fois plus que pour la gravure au diamant). L'excès de zinc est évacué par un flux d'air. La forme des cellules est différente de celle obtenue pour la gravure électromécanique : ici, elle est cylindrique. Le principal avantage de la gravure laser est la constance dans la production, au contraire de la gravure mécanique où le diamant s'use avec l'utilisation. Cependant, le coût d'une telle technique reste élevé.

ii. La racle – structure, différents types, mécanisme

- *La racle dans le procédé d'impression*

La fonction de la racle est d'éliminer l'excès d'encre de la surface du cylindre encreur, la laissant dans les cellules. La racle doit être assez fine afin d'éviter l'usure sur le cylindre tournant, mais également assez solide pour éliminer l'excès d'encre efficacement. Il est à noter que l'angle de raclage est à considérer. Généralement, l'angle de raclage est de l'ordre de 45° (on peut descendre à 30-35° (Kapur, 2003)) (Fig. 1-4), mais il est également possible de trouver des racles installées de manière tangente au cylindre (Fig. 1-5). Ce système est, selon Kapur (2003), moins sensible aux variations de charges pouvant survenir lors de l'impression.

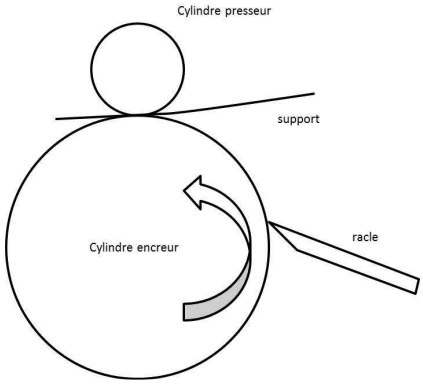


Figure 1-4 - Position classique de la racle (mode contre-face)

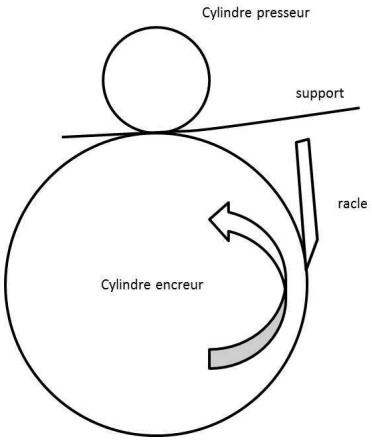


Figure 1-5 - Position inversée de la racle

- *Structure et mécanismes de la racle*

La racle est une fine bande flexible, généralement en acier (on peut également en trouver en plastique, en acier inoxydable, ou encore en bronze). Dans un procédé industriel, l'assemblage qui permet à la racle de tenir son rôle est composé d'un élément maintenant la racle (et assurant ainsi l'angle de raclage), ainsi que généralement d'un mécanisme d'oscillation : la racle, dont la longueur est légèrement supérieure à celle du cylindre, parcourt de manière périodique la largeur du cylindre afin d'éviter, lors du raclage, les agrégats d'encre qui pourraient se former sous la racle.

- *Les différents types de racle*

Différentes géométries de racle sont utilisées par les imprimeurs (Fig. 1-6). Si la plupart des imprimeurs utilisent une seule racle, il est possible également de trouver des systèmes avec deux racles. Lorsque la quantité d'encre entraînée par le cylindre est importante, une première racle élimine directement en sortie de cylindre une large partie de l'encre, alors que la deuxième racle sera plus conventionnelle et éliminera l'encre restant à la surface du cylindre (Fig. 1-7)

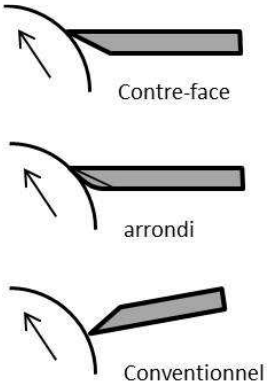


Figure 1-6 - Exemples de types de racles

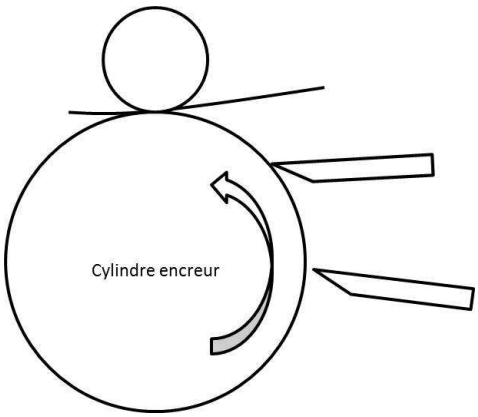


Figure 1-7 - Système de double racle

Dans le cas de Tarkett, les deux principaux systèmes utilisés sont le « contre-face » et le « double racle ».

iii. Le cylindre presseur

- *Le cylindre presseur dans le procédé d'impression*

La fonction du cylindre presseur est d'assurer le contact entre le film à imprimer et le cylindre encreur, de créer la tension nécessaire entre les éléments d'impression et de propulser le film en sortie de la zone d'impression.

- *Structure du cylindre presseur*

Le cylindre presseur est composé d'un manchon en acier, recouvert d'une couche d'élastomère. Les industriels ont une large variété de matériaux pouvant recouvrir le cylindre, en fonction de l'encre et du type de solvant utilisés, de la vitesse d'impression et de l'utilisation ou non d'une aide électrostatique. Les spécifications d'un tel cylindre vont reposer sur :

- La nature et la dureté du matériau ;
- Les propriétés physiques du matériau (résistance à la chaleur, résilience, résistance à l'abrasion, résistance aux substances chimiques).

Par ailleurs, le cylindre presseur doit être parfaitement équilibré afin d'éviter les vibrations qui peuvent amener à des fluctuations de la pression appliquée et donc à une qualité d'impression inégale, ainsi qu'à une usure prématurée du cylindre.

- *La surface de contact*

Ce n'est pas un point ou une ligne de contact, mais une surface de contact, c'est à cet endroit que le transfert de l'encre se fait. En effet, la pression appliquée implique la déformation de la couche d'élastomère qui recouvre le cylindre, ce qui crée la surface. Il faut ainsi que la pression appliquée soit la même en tout point de la largeur du cylindre, ce qui n'est pas chose aisée à réaliser. En effet, la pression étant généralement appliquée aux extrémités, la déflexion du cylindre en son centre est possible, impliquant ainsi une pression différente de celle aux extrémités.

- *L'aide électrostatique*

Afin de pallier l'éventualité que certaines cellules ne soient pas entièrement remplies d'encre, un système d'assistance électrostatique peut être utilisé (Fig. 1-8).

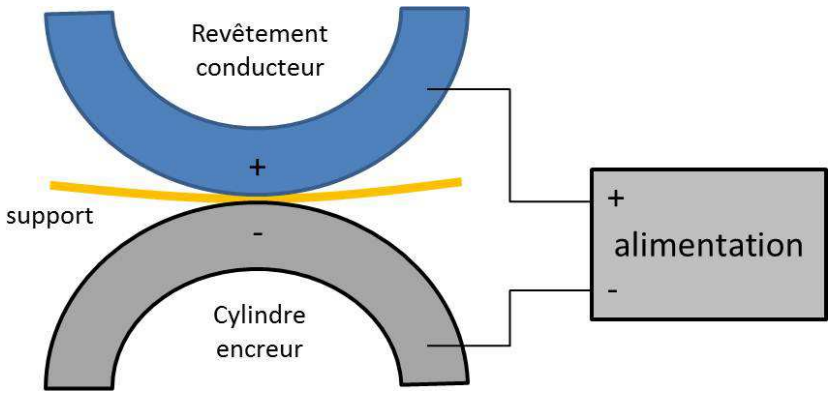


Figure 1-8 - Schéma de base du principe de l'assistance électrostatique

Cette méthode, utilisant un champ électrique au niveau de la zone de contact, permet d'aider l'encre à être transférée vers le support. Ce champ électrique, généré entre le cylindre presseur et le cylindre encreur, produit une force externe appliquée sur l'encre.

N.B. : Il existe une différence entre le procédé utilisé par Tarkett et la description qui en est faite dans quelques articles de la bibliographie. En effet, comme chez Tarkett, le substrat va dans le même sens que le cylindre graveur. Mais, dans la bibliographie, on trouve le plus fréquemment une description où le substrat et le cylindre graveur ne vont pas dans le même sens, comme le décrit la Figure 1-9 (Benkreira et Patel, 1993). D'après Kapur (2003), ce dernier mode d'impression est plus stable et donne une meilleure qualité d'impression.

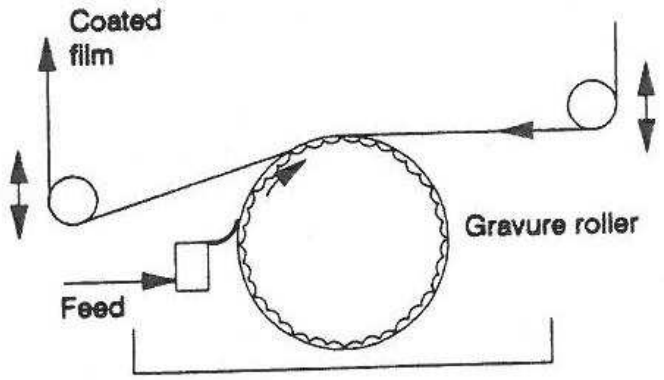


Figure 1-9 - Alternative pour le procédé : le cylindre encreur et le support vont dans des directions opposées (Benkreira et Patel, 1993)

Ensemble de têtes d'impression

En production, on place en général plusieurs têtes d'impression en série (cinq le plus souvent – Fig. 1-10). Chaque tête d'impression assurera le transfert d'une seule couleur pour l'obtention d'un motif (gravé sur le cylindre encreur), et est complémentaire des autres têtes d'impression. L'objectif est qu'en sortie de la ligne, le film imprimé représente le motif souhaité.

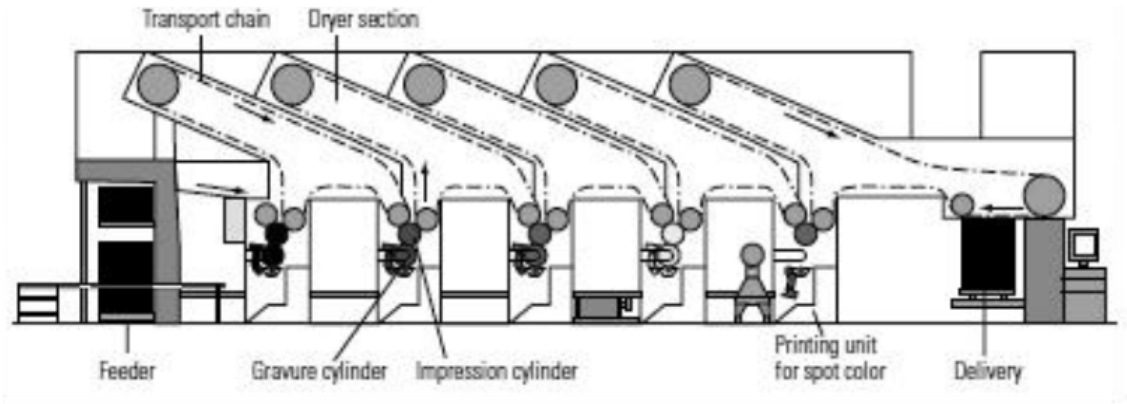


Figure 1-10 - Ensemble de têtes d'impression (http://agpcptech.weebly.com/uploads/1/2/4/2/12423472/unit-4.pdf)

1.2.3. Le procédé d'héliogravure dans la ligne de production

L'impression par d'héliogravure ne représente qu'une étape parmi de nombreuses dans la production d'un revêtement final (Fig. 1-11). Si son importance est évidemment capitale, les autres étapes sont aussi importantes.

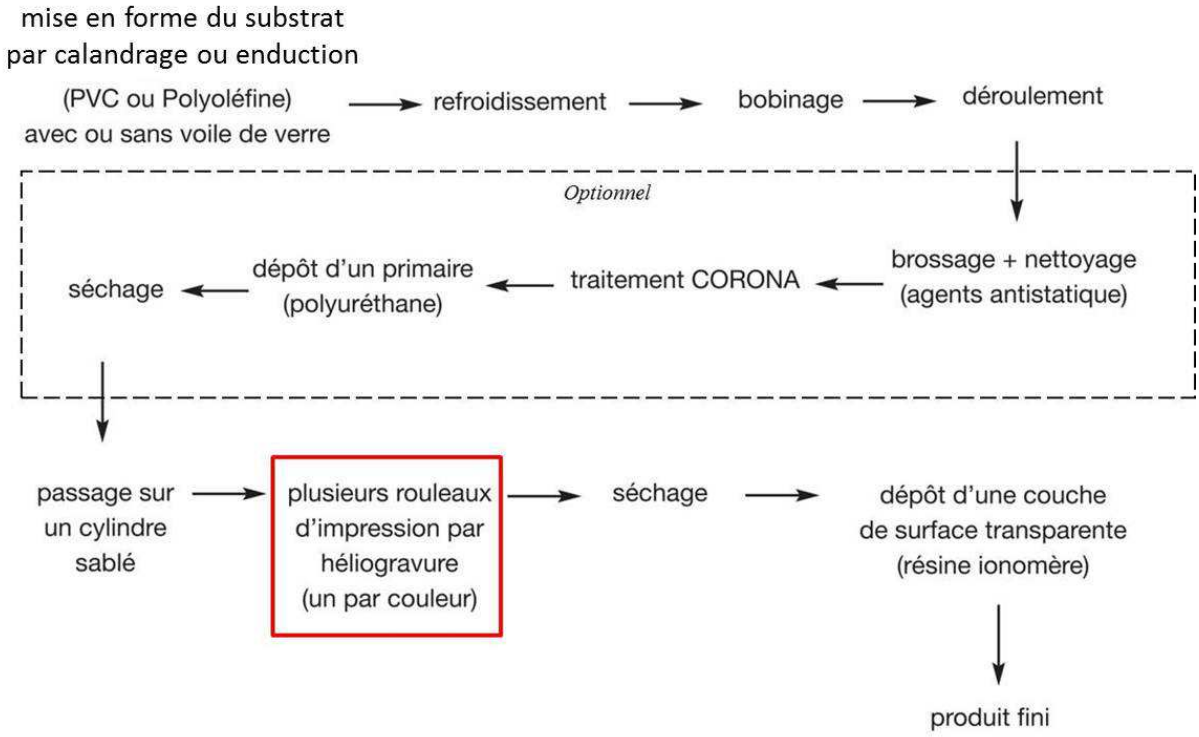


Figure 1-11 - Exemple de description de ligne de production d'un revêtement de sol

La première étape consiste en la mise en forme du film polymère. Deux procédés sont couramment utilisés et ils définissent notamment l'état de surface du support à imprimer :

- Le calandrage, que l'on peut qualifier de « laminage des polymères », est un procédé qui permet l'écrasement d'une feuille polymère entre plusieurs cylindres entraînés mécaniquement. Le nombre de cylindres varie entre 2 et 5, 4 étant la configuration la plus utilisée, pour une meilleure stabilité du procédé (Agassant et Hinault, 2001). L'objectif est d'obtenir un profil de film homogène, sans défaut de surface, ce qui n'est pas sans difficulté. En effet, de nombreuses études ont cherché à prédire le profil de film en sortie, que ce soit lorsque les cylindres ont la même vitesse (par exemple Kiparissides et Vlachopoulos (1976), Agassant et Espy (1985), Mitsoulis et al. (1985)), ou des vitesses différentes (Magnier et al., 2012). Il apparaît, à travers ces études, que le profil du film en sortie n'est pas complètement homogène, mais est en forme de moustache. Cela est dû au matériau qui, dans l'entrefer, applique une force sur les cylindres qui ne sont pas complètement rigides et qui, par conséquent, se déforment. La déformation étant plus importante au centre qu'aux extrémités des cylindres, un profil hétérogène est obtenu. En appliquant des systèmes de correction de type roll-bending ou cross-axis (Agassant et Hinault, 2001), le profil de film peut être amélioré.

- L'enduction est un procédé qui consiste à appliquer un revêtement liquide sur un support (par exemple du voile de verre). L'épaisseur de dépôt est contrôlée par une racle et le profil sera, contrairement au procédé de calandrage, parfaitement homogène. Notons cependant que les épaisseurs des films enduits sont, de manière générale, plus importantes que les épaisseurs obtenues en calandrage.

Après la mise en forme du polymère, nous retrouvons les étapes de refroidissement et de bobinage. Ensuite, si l'on souhaite modifier les propriétés de surface, on peut appliquer des traitements de surface, tels que le traitement Corona, couramment utilisé chez Tarkett. Nous retrouvons ensuite l'étape d'impression, suivie par le dépôt d'un film dit « couche d'usure », transparent, qui sera la couche en contact avec l'utilisateur.

1.3. Les problèmes rencontrés en impression avec le procédé d'héliogravure

L'impression par héliogravure est un procédé plus compliqué qu'il n'y paraît. Nous pouvons obtenir notamment un ensemble de défauts, que nous pouvons classer en deux catégories : les défauts dits « ponctuels » et les défauts d'aspect général.

1.3.1. Les défauts dits « locaux »

Les défauts dits « locaux » sont les défauts qui surviennent la plupart du temps suite à un problème dû au procédé lors de l'impression, ou simplement une usure du procédé (notamment les cellules gravées). Nous pouvons en présenter quelques exemples.

1.3.1.1. Ligne d'impression

La Figure 1-12 présente un film PVC calandré sur lequel il y a un manque d'impression suivant une ligne plus claire que le reste du support, qui présente une teinte grise. Ce défaut est souvent expliqué par Tarkett comme un agrégat d'encre qui se forme sous la racle et qui empêche l'encre de se déposer sur le support.

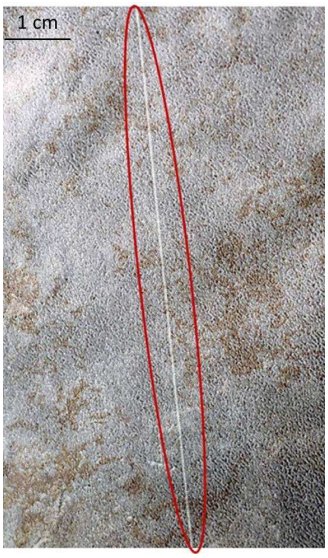


Figure 1-12 - Défaut de ligne d'impression (manque d'impression) sur un film PVC calandré

La Figure 1-13 présente également une ligne d'impression sur un support PVC calandré. Dans ce cas, c'est un agrégat d'encre qui s'est formé sous la racle et qui s'écoule progressivement sous celle-ci, directement sur le support. L'agrégat d'encre a, a priori, séché, et les pigments s'écoulent.

Figure 1-13 - Défaut de ligne d'impression (écoulement d'un agrégat d'encre) sur un film PVC calandré

1.3.1.2. Point d'impression

La Figure 1-14 présente ici un point non imprimé sur un film PVC calandré. Cela est dû à un défaut de surface sur le PVC, apparu lors de la mise en forme du film. On note dans ce cas que l'impression peut mettre en évidence des défauts dont l'origine se situe en amont de l'impression. Ainsi, il est important de maîtriser toute la ligne de production, de la formulation jusqu'au produit final.

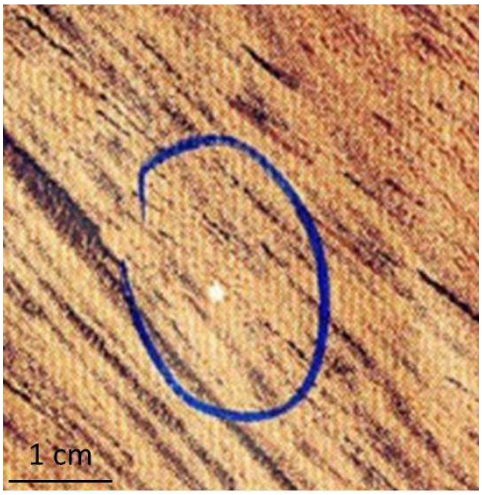


Figure 1-14 - Point non imprimé sur un film PVC calandré

1.3.1.3. Défauts périodiques

Nous pouvons aussi retrouver des défauts périodiques sur les supports imprimés. Ces défauts sont généralement dus soit au cylindre encreur, soit au cylindre presseur, qui présentent des défauts de surface (usure des cellules par exemple, choc…).

Ces défauts ponctuels sont les plus nombreux, les exemples présentés ici n'étant qu'un petit échantillon de ce que l'on peut trouver. Le plus souvent, ces problèmes sont corrigés par une intervention humaine sur le procédé (nettoyage de la racle par exemple, changement des cylindres (encreur ou presseur), etc.) et, finalement, ces défauts sont considérés comme minimes.

1.3.2. Les défauts dits « d'aspect général »

Les défauts dits « d'aspect général » sont ceux qui vont nous intéresser au cours de cette étude. Il apparaît qu'un défaut, appelé « jaspage » chez Tarkett (en anglais « smearing »), est souvent présent sur les films imprimés. Lors de l'impression, le transfert de l'encre des cellules sur le support doit en théorie représenter la forme des cellules. Cependant, il apparaît que les dépôts d'encre coalescent les uns avec les autres, formant un ensemble dont l'intensité de couleur n'est pas toujours homogène. C'est ce que l'on peut observer sur la Figure 1-15, qui est la photographie d'un film PVC calandré imprimé.

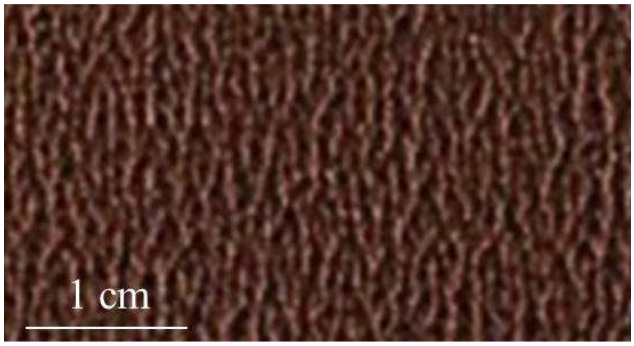


Figure 1-15 - Défaut d'aspect général appelé "jaspage"

C'est ce type de défaut que Tarkett souhaite éviter en priorité. Afin de maîtriser, de la meilleure des manières possible, le procédé et la qualité d'impression, une étude est nécessaire pour déterminer l'influence des différents paramètres d'impression sur l'imprimabilité.

1.4. La qualité d'impression : définition

Dans ce travail de thèse, nous parlons de qualité d'impression et il est important de bien la définir. C'est la base essentielle à toute analyse. Définir une telle notion n'est pas chose aisée, car cela va dépendre de ce qui est recherché : avoir un fond uni ou avoir un dessin très détaillé avec une grande résolution.
C'est pour cela que, au lieu de nous restreindre à une seule définition, nous allons en proposer deux :

- La qualité dite **« haute résolution d'impression »** ou **« point par point »** : cette qualité est obtenue lorsque la surface imprimée représente exactement la forme des

cellules gravées sur le cylindre encreur. De plus, l'intensité de la couleur doit être homogène. Cette représentation est désirée lorsque des détails fins seront recherchés sur le support imprimé (Fig. 1-16).

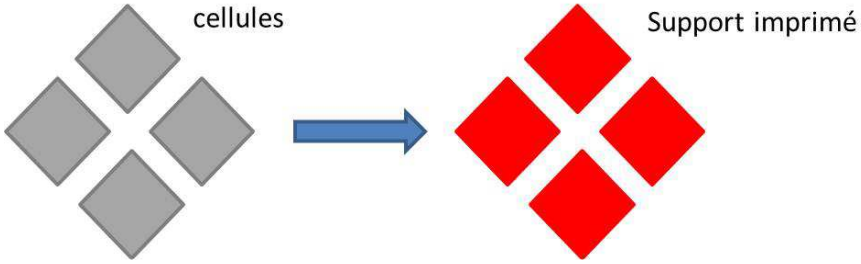


Figure 1-16 - Représentation de la haute résolution d'impression

- La qualité dite **« all-over »** : cette qualité est souhaitée lorsque par exemple un fond uni est désiré. Le support doit alors être entièrement recouvert par l'encre et l'intensité de couleur doit être la même en tout point du support (Fig. 1-17).

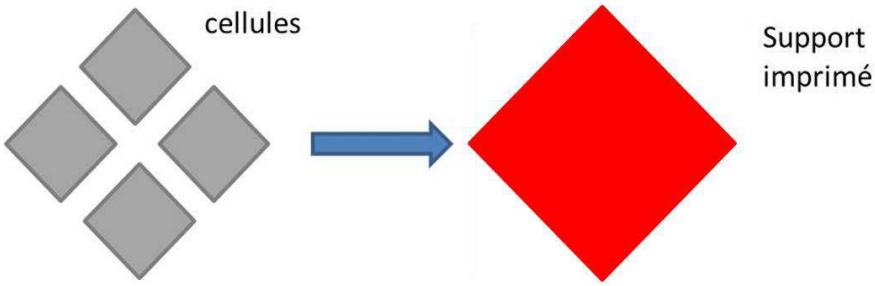


Figure 1-17 - Représentation de la qualité dite "all over"

1.5. Les objectifs de l'étude

Les objectifs de ces travaux de thèse sont doubles. Il nous faut :

- Déterminer les paramètres d'impression critiques agissant sur la qualité d'impression : le procédé lui-même, les encres et les supports utilisées ;
- Définir les meilleures conditions pour imprimer, suivant que l'on recherche du « point par point » ou du « all over ».

Il apparaît, d'après les problématiques et l'expérience des experts de Tarkett, que les paramètres présentés Figure 1-18 soient susceptibles de jouer un rôle sur la qualité d'impression.

Ce mémoire a pour but de présenter l'ensemble des paramètres qui ont une influence sur la qualité d'impression, dans un premier temps au travers d'une revue bibliographique, puis au travers d'essais d'impressions effectués dans l'usine pilote du centre de recherche Tarkett.

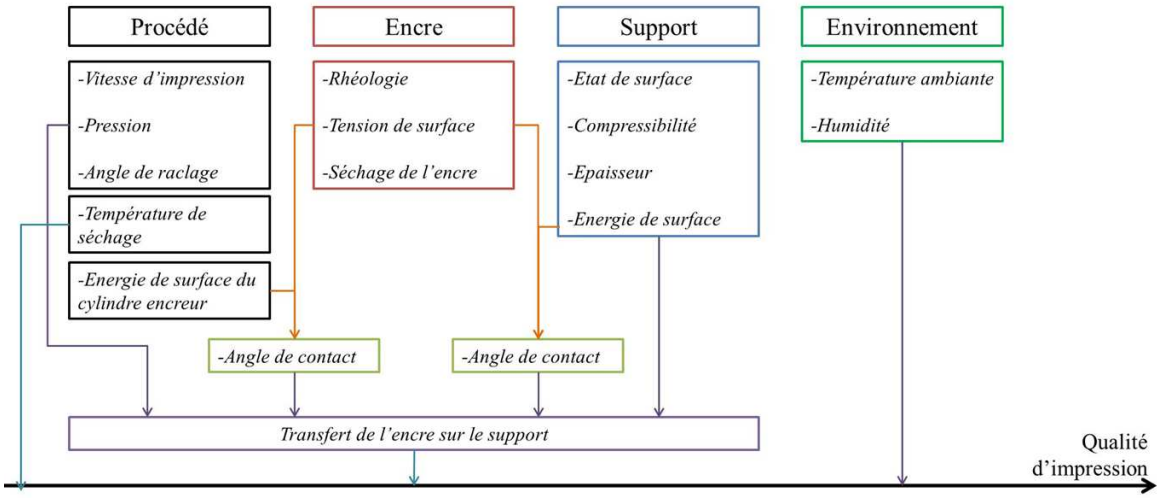


Figure 1-18 - Ensemble des paramètres susceptibles de jouer un rôle sur la qualité d'impression

Après avoir présenté le procédé d'héliogravure de manière générale, ainsi que les qualités d'impression désirées par Tarkett, nous allons, dans le chapitre 2, faire une revue bibliographique de l'ensemble des paramètres qui peuvent influencer la qualité d'impression : les paramètres procédés, les paramètres inhérents à l'encre et les paramètres inhérents au support à imprimer. Dans le chapitre 3, nous présenterons l'ensemble des machines utilisées pour l'étude : les procédés d'héliogravure, industriel et pilote, ainsi que les machines utilisées pour la caractérisation des matériaux. Nous détaillerons également les matériaux utilisés. Dans le chapitre 4, nous exposerons les résultats obtenus à partir des essais d'impression effectués : nous verrons que la qualité d'impression est influencée par de multiples paramètres. Dans le chapitre 5, nous proposerons une ouverture à cette étude. Il s'agit d'une observation du transfert de l'encre depuis une cellule vers un support. Nous présenterons l'influence des propriétés des encres sur ce transfert.

Nous terminerons par une synthèse de ce travail et proposerons des perspectives d'étude.

2. Etat de l'art

Rotogravure process is the most commonly used for flooring applications because it gives the best results. However, it exists a lot of printing processes, as screen-printing, flexography, offset and inkjet printing. We note that inkjet printing is also used in Tarkett.

Concerning printing processes, the bibliography gives us a large review of the influence of each parameter acting on the quality. Even if there are few publications specifically on the rotogravure process, we have a lot of precious information which can be applied to the process studied:

- *Process parameters: printing speed, pressure of the rubber roll, blade angle and drying temperature;*
- *Ink properties: it appears in the bibliography that the viscosity and the surface tension of the ink have a large influence on the quality;*
- *Substrate properties: the roughness and the compressibility seem to be the main parameters influencing the quality;*
- *Ink/substrate and ink/cylinder interactions: determined with the contact angle measurement, the distribution of the ink on the substrate is directly linked to these two values.*

_Toc411409535

2.1. Les procédés d'impression 19
2.1.1. La sérigraphie 19
2.1.2. La flexographie 19
2.1.3. L'offset 20
2.2. Description sommaire des étapes de l'impression par héliogravure 21
2.2.1. La remontée le long du cylindre 21
2.2.2. Le raclage de l'excès d'encre 23
2.2.3. Le transfert de l'encre sur le support – présentation 28
2.3. Influence des paramètres procédés sur l'imprimabilité 31
2.3.1. Influence des cellules du cylindre encreur sur l'imprimabilité 31
2.3.2. Vitesse d'impression 34
2.3.3. Pression du cylindre presseur 36
2.3.4. Raclage de l'excès d'encre 39
2.3.5. La température de séchage 39
2.4. Influence des paramètres matériaux sur la qualité d'impression 42
2.4.1. Les paramètres inhérents à l'encre 42
2.4.2. Les paramètres inhérents au support à imprimer 46
2.4.3. Les interactions encre/support 47
2.5. Bilan du chapitre 2 49

2.1. Les procédés d'impression

De nombreux domaines d'activités nécessitent l'utilisation de procédés d'impression, et pas seulement l'héliogravure.

2.1.1. La sérigraphie

2.1.1.1. Le principe

La sérigraphie (du latin *sericum* la soie et du grec *graphein* écrire) fut utilisée pour la première fois par les Japonais, pour imprimer les blasons pour les kimonos. Ce procédé utilise la technique du pochoir. Le pochoir est un écran à maille très fine (soie ou nylon), tendu sur un cadre d'aluminium (à l'origine le cadre était en bois) et enduit d'une émulsion photosensible (par enduction), qui durcit lorsqu'elle est exposée à un rayonnement ultraviolet (insolation avec une lampe à plusieurs milliers de watts pendant quelques minutes) et bouche le tissu (l'eau permet d'enlever l'émulsion). Le passage de l'encre est ainsi bloqué. Un film (ou typon) est également déposé sur l'écran enduit avant insolation et permet de bloquer les rayons ultraviolets aux endroits où l'encre doit passer. La schématisation du procédé est présentée Figure 2-1. Ensuite, au moyen d'une raclette, on fait passer une encre qui reproduit, sur le support à imprimer, le motif souhaité.

Les applications sont multiples : bouteilles, textiles, bois, machines, circuits imprimés, reproduction de motif sur vêtements… Nous pouvons également noter que cette technique est utilisée dans l'art (mouvement Pop Art, symbolisé par Andy Warhol).

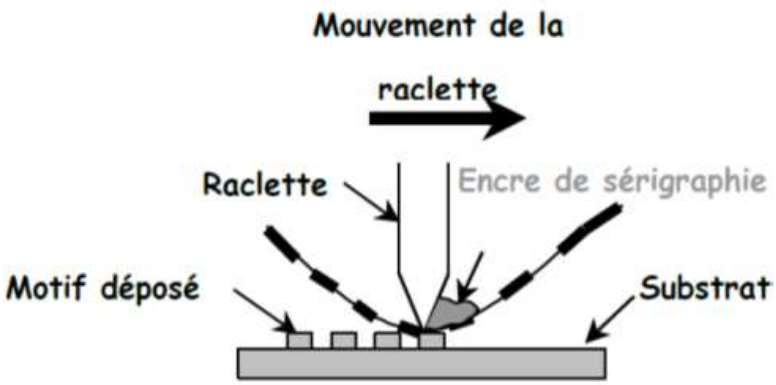


Figure 2-1 – Le procédé de sérigraphie (Rivière, 2004)

2.1.1.2. Les encres en sérigraphie

Les encres utilisées pour le procédé de sérigraphie ont une viscosité comprise entre 1 et 10 Pa.s).

2.1.2. La flexographie

2.1.2.1. Le principe

Présentée Figure 2-2, la flexographie est un procédé d'impression en relief (type typographie). Il est utilisé sur des supports très variés, principalement dans l'emballage alimentaire. L'encre passe d'un cylindre à l'autre jusqu'à un cylindre qui présente un relief. Ce relief sera le motif

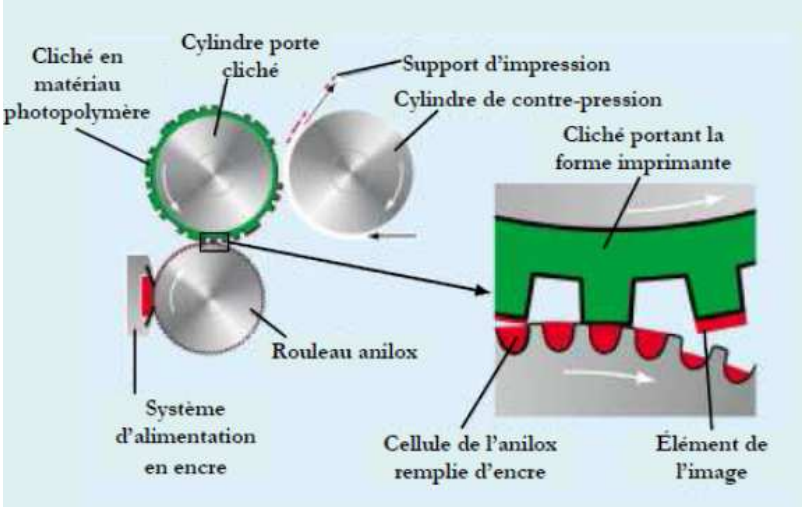


Figure 2-2 – Le procédé de flexographie (Kipphan, 2001)

souhaité. L'encre se dépose sur les reliefs et le cylindre entre en contact avec le support. Le contact est assuré par un cylindre presseur dont le revêtement est en élastomère. En flexographie, la forme imprimante est communément appelée « cliché ».

2.1.2.2. Les encres en flexographie

Les encres utilisées sont à séchage ultra-rapide. Elles ont une viscosité comprise entre 0,1 et 0,5 Pa.s.

2.1.3. L'offset

2.1.3.1. Le principe

Ce procédé, présenté Figure 2-3 et à l'origine appelé lithographie, a été inventé en 1796 par Alyos Senefelder, acteur et auteur allemand, pour imprimer son propre travail. Le principe est basé sur le transfert indirect d'encre d'un cylindre encreur au support via un cylindre caoutchoutique appelé blanchet.

- Etape 1 : mouillage de la plaque offset. Un film de solution de mouillage se dépose et demeure sur les zones non-imprimantes du cylindre ;
- Etape 2 : encrage de la plaque offset. Une émulsion de solution de mouillage dans l'encre se forme à la surface des zones imprimantes de la plaque ;
- Etape 3 : transfert de l'émulsion de la plaque offset au blanchet (le revêtement en caoutchouc du blanchet possède une bonne affinité avec l'encre) ;
- Etape 4 : transfert de l'image encrée du blanchet au support d'impression.

L'impression offset est largement employée pour de nombreux produits : livres, brochures, emballages, etc…

2.1.3.2. Les encres en offset

Les encres utilisées pour le procédé d'offset ont une viscosité comprise entre 2 et 40 Pa.s et une tension de surface de 35 à 40 mN/m.

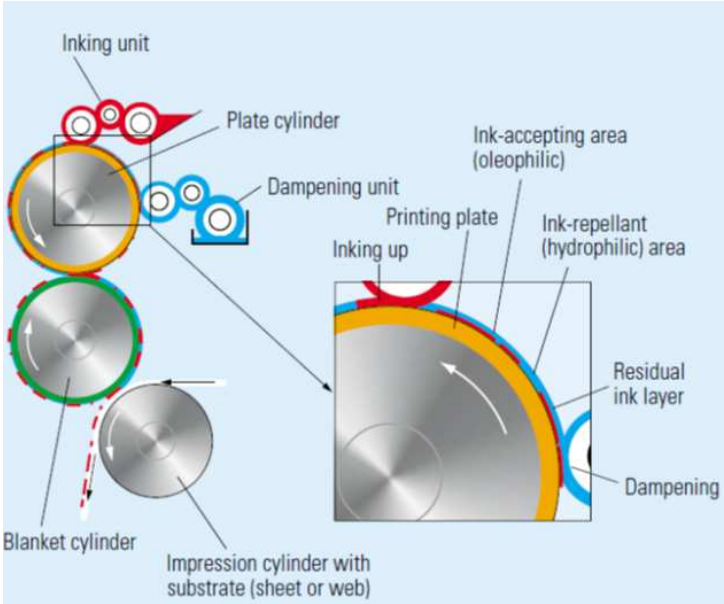


Figure 2-3 – Le procédé offset (Kipphan, 2001)

2.2. Description sommaire des étapes de l'impression par héliogravure

Les étapes de ce procédé d'héliogravure sont les suivantes :

- La remontée le long du cylindre, qui assure le remplissage des cellules d'encre ;
- Le raclage de l'excès d'encre ;
- Le transfert de l'encre sur le support.

2.2.1. La remontée le long du cylindre

Le remplissage des cellules s'effectue lorsque le cylindre graveur plonge dans le bain d'encre. Cette étape a été résumée par Kaza (2006) et Boissonnet (2007). Deux points particuliers sont à prendre en compte : d'une part, il faut s'assurer que le remplissage des cavités se fait correctement et, d'autre part, il faut limiter la quantité d'encre entraînée, car cela conditionne le réglage de la racle. La Figure 2-5 met en évidence l'angle de sortie du bain entre la tangente au cylindre à la surface du bain et la surface du bain.

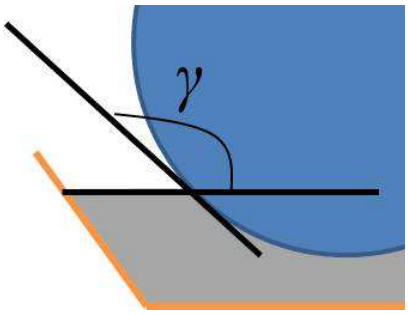


Figure 2-4 – L'angle de sortie du bain

L'angle γ est un paramètre important pour déterminer l'épaisseur d'encre entraînée par le cylindre. Levich (1962) a étudié la remontée d'une plaque verticale d'un liquide et Benkreira et al. (1994) ont étendu cette étude au cas d'un cylindre. La Figure 2-6 présente le schéma

d'un champ d'entraînement lié à la remontée. Sur cette Figure, V_0 est la vitesse linéaire du cylindre, *h(x)* l'épaisseur d'encre entraînée et h_0 l'épaisseur finale d'encre entraînée. Deux domaines apparaissent :

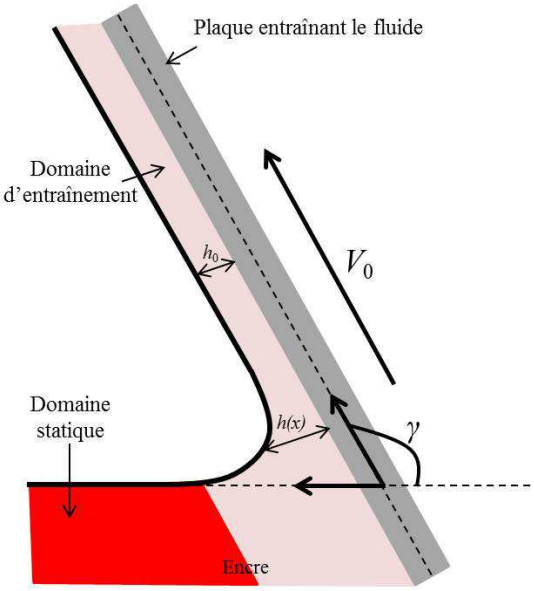


Figure 2-5 – Les domaines statiques et d'entrainement d'un fluide entraîné par une plaque

- <u>Le domaine statique :</u> la pression dans le fluide de densité ρ est due à l'action de la pesanteur et sa surface n'est pas influencée par le mouvement du cylindre ;
- <u>Le domaine d'entraînement :</u> la pression du fluide provient du cisaillement engendré par le mouvement du cylindre.

Dans le domaine d'entraînement, il est possible de quantifier l'épaisseur d'encre qui est entraînée. Dans la bibliographie, aucune théorie complète et unifiée n'a été mise en évidence. Il existe en revanche des solutions approximatives de l'épaisseur h_0 qui dépendent du nombre capillaire *Ca* (qui est le ratio entre les contraintes visqueuses et celles dues à la tension superficielle) et du nombre de Reynolds *Re* (qui représente le ratio entre les forces d'inertie et celles d'origine visqueuse). *Ca* et *Re* sont donnés par les relations suivantes :

$$Ca = \frac{\eta V_0}{\gamma_{VL}} \qquad (1)$$

où η est la viscosité dynamique du fluide, V_0 sa vitesse d'entraînement et $\gamma_{VL}(= \gamma_L)$ sa tension superficielle. Pour *Re* :

$$Re = \frac{\rho V_0 h_0}{\eta} \qquad (2)$$

où ρ est la masse volumique du fluide.

Spiers et al. (1974), Campanella et Cerro (1984) et Benkreira et al. (1994) notamment ont étudié cette remontée d'un fluide le long d'une plaque.

Ces études sont un mélange entre empirisme et calcul analytique. Cependant, dans ces articles, il est difficile de déterminer quelles sont les méthodes employées pour étudier ce phénomène. Nous ne faisons qu'introduire le problème ici car, pour notre procédé et notre étude, ce phénomène a une importance limitée.

2.2.2. Le raclage de l'excès d'encre

Lorsqu'une certaine épaisseur d'encre est entraînée (remplissant les cavités et créant une couche de surface), l'excès d'encre sur le cylindre doit être enlevé afin de se retrouver avec la quantité d'encre nécessaire sur le substrat. C'est le rôle de la racle que d'éliminer cet excès d'encre (Figure 2-7).

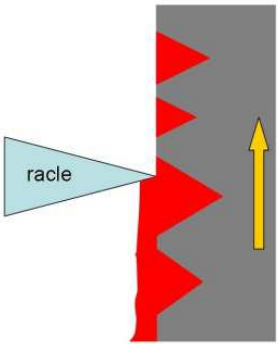


Figure 2-6 – Raclage de l'excès d'encre

Diverses études ont été menées sur la racle (Triantafillopoulos et Altug, 1994, Salahetdin et Eklund, 2003, Kaza, 2003, Boissonnet, 2007), ces deux derniers reprenant des travaux de Kahila et Eklund (1978). Dans la bibliographie, on retrouve de nombreuses études sur le cas où l'élimination de l'excès de fluide se fait directement sur le substrat (cas du procédé de coating, qui permet également la production de revêtements de sols notamment et où la compressibilité du substrat est importante). Cependant, le principe même est largement utilisable pour notre étude.

- <u>Les forces agissant sur la racle</u>

Nous allons tout d'abord nous intéresser aux forces agissant sur cette racle. La Figure 2-7 présente les deux principales forces agissant sur la racle, typiquement dans le cas d'un système « contre-face ».

Introduisons à partir de la Figure 2-7 les notations suivantes : F_e : forces extérieures agissant sur la racle, F_d ($=F_i+F_h$) : force que subit la racle de la part de l'encre, α : angle entre la racle et le cylindre (de manière idéale, l'angle de raclage est compris entre 35 et 55°), h_0 : épaisseur d'encre sur le cylindre arrivant sur la racle.

Eklund (1984) présente un inventaire des forces subies par la racle de la part de l'encre. La résultante est la force dynamique notée F_d, décomposée comme suit :

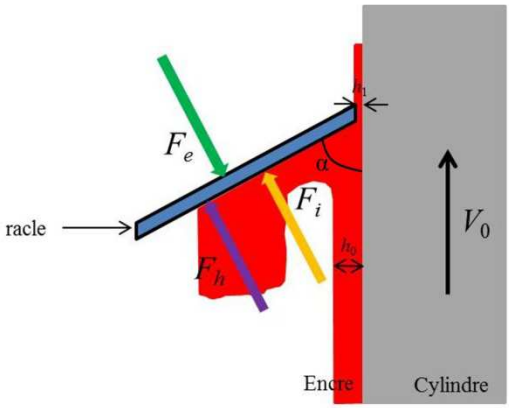


Figure 2-7 – Les forces agissant sur la racle

- F_i : La force d'impulsion est une simplification des équations trouvées par Kahila et Eklund (1978) (à partir des équations de Navier-Stokes). C'est la force due au mouvement de l'encre :

$$F_i = \frac{q_m V_0 (1+\cos\alpha)}{\sin\alpha} \qquad (3)$$

avec:

- ✓ q_m : debit de matière arrivant sur la racle;

- F_h : force hydrodynamique, due au passage du fluide sous la racle :

$$F_h = \frac{6\eta V_0}{\tan^2\alpha}\left(\ln(1+n) - \frac{2n}{2+n}\right) \qquad (4)$$

avec:

- ✓ $n=h_0/h_1-1$;
- ✓ h_1: épaisseur d'encre passant sous la racle;
- ✓ h_0: épaisseur d'encre lors de la remontée du cylindre.

Le paramètre h_1, notamment utilisé pour l'équation (4), met en évidence la possibilité pour la racle de se déformer sous l'effort du fluide et donc de libérer un espace entre elle-même et le cylindre (Fig. 2-8). Ainsi, pour éviter cette perte de contact, il est nécessaire d'appliquer une force, que nous nommerons F_e, qui s'oppose à $F_d = Fi + Fh$.

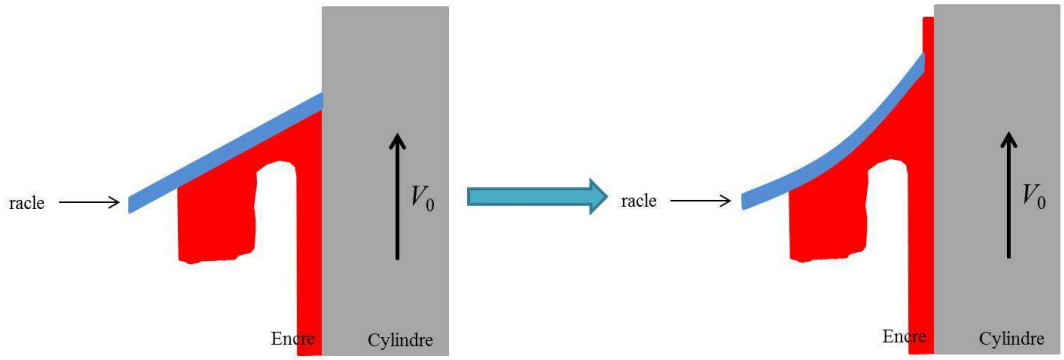


Figure 2-8 – La déformation de la racle

Cependant, Eklund (1984) a montré que, lorsque la force dynamique F_d augmente, la force F_e augmente nécessairement (pour assurer l'équilibre) et cela implique une diminution de l'angle α. Cette diminution a elle-même une conséquence : cela provoque une augmentation de l'effort F_d qui devient supérieur à F_e et implique la déformation de la racle jusqu'à ce que l'équilibre des forces s'effectue.

- Evolution de l'effort de raclage avec la vitesse du cylindre et l'angle de raclage

L'évolution des efforts agissant sur la racle est un élément majeur du procédé, en vue du réglage de celle-ci (matériau, angle initial, débit d'encre). Salahetdin et Eklund (2003) ont travaillé sur ce point précis. Ils ont cherché à simuler l'évolution de l'effort de raclage F_e en fonction de la vitesse du cylindre graveur et de l'angle de raclage, en comparant la théorie (Kahila et Eklund, 1978) avec une simulation numérique qu'ils souhaitaient optimiser. Au-delà de la comparaison qu'ils veulent mettre en évidence dans l'article, c'est l'évolution de la force qui nous intéresse. Les Figures 2-9 et 2-10 mettent en évidence ces évolutions, en prenant en compte qu'il a été considéré un fluide newtonien d'une viscosité de 50 mPa.s. Sur ces figures, une comparaison est faite entre le calcul analytique et une simulation numérique faite avec le logiciel Flow 3D. Si aucune représentation de l'aire analysée n'est précisée dans l'article, il est expliqué que l'aire est modélisée par un système eulérien à 2 dimensions (coordonnée *x*-*z*) et que la racle est modélisée par un « obstacle » rectangulaire avec une hauteur infinie selon la direction *z*.

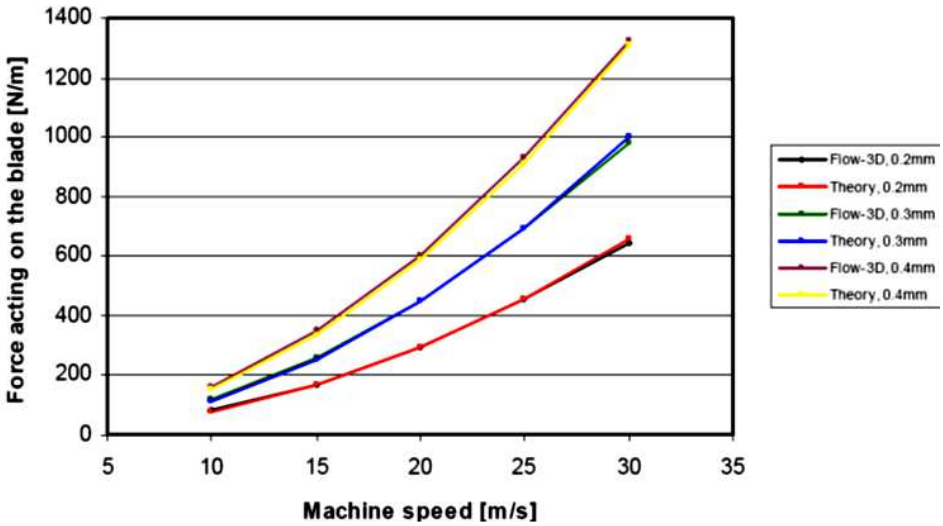


Figure 2-9 - Evolution de l'effort agissant sur la racle avec la vitesse d'enduction (Salahetdin et Eklund, 2003)

Ces courbes sont tracées pour différents débits d'encre arrivant (ou hauteur d'encre en mm) et l'on observe que l'effort agissant sur la racle augmente avec la vitesse du cylindre encreur et avec le débit d'encre. En revanche, l'effort diminue lorsque l'angle de raclage α augmente. Nous observons également une bonne corrélation entre l'étude analytique et l'étude numérique avec Flow 3D.

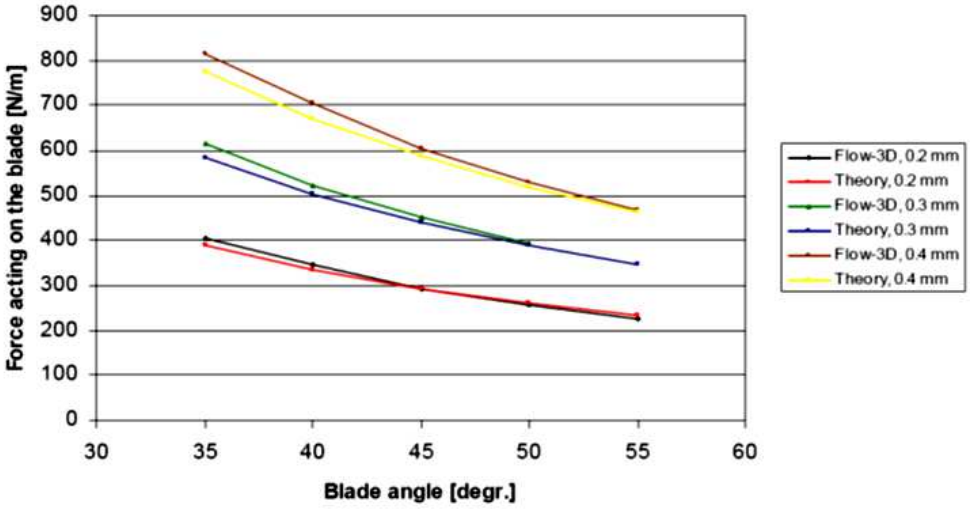


Figure 2-10 - Evolution de l'effort agissant sur la racle avec l'angle de raclage et le débit d'encre (Salahetdin et Eklund, 2003)

Sur les Figures 2-11 et 2-12, présentant une comparaison entre des essais expérimentaux et la théorie (Salahetdin et Eklund, 2003 ; Kahila et Eklund, 1978), il n'est pas précisé quel angle de raclage est utilisé, mais il est intéressant de voir que la théorie sous-estime les valeurs expérimentales d'un facteur 2 à 3. Ceci peut être expliqué par le fait que, durant l'expérience, la racle et le support sont en contact via le fluide raclé, ce qui ajoute un effort supplémentaire. Cet aspect n'est pas pris en compte dans la théorie.

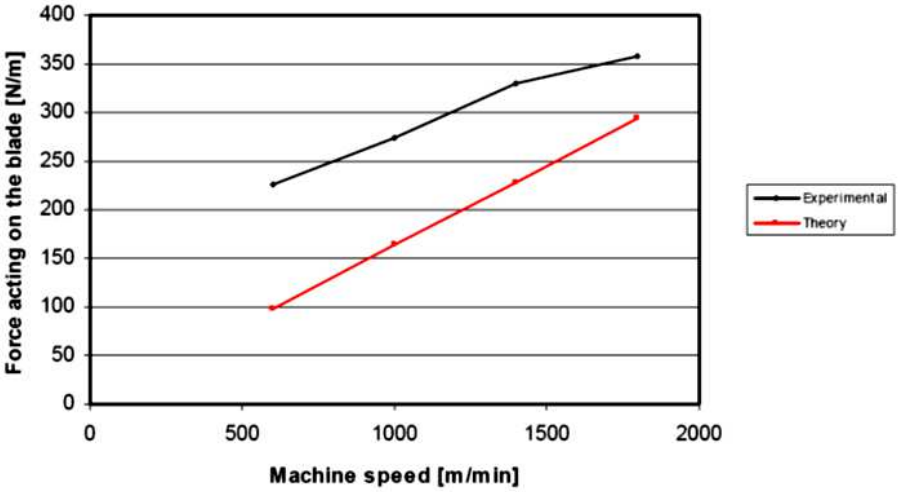


Figure 2-11 - Evolution de l'effort de raclage en fonction de la vitesse : expérience vs simulation (Salahetdin et Eklund, 2003)

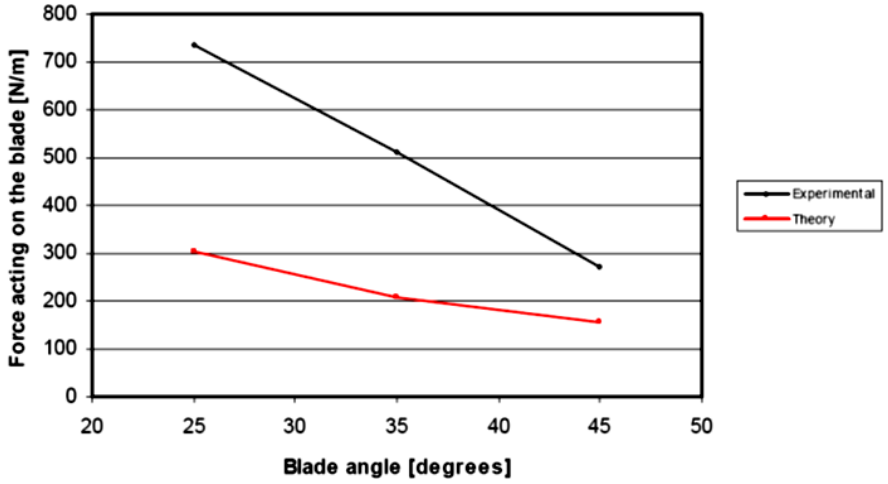


Figure 2-12 - Evolution de l'effort de raclage en fonction de l'angle de raclage : expérience vs simulation (Salahetdin et Eklund, 2003)

- <u>Le comportement de l'encre lors du raclage</u>

Le raclage permet d'obtenir la quantité nécessaire d'encre à déposer sur le support et donc agit naturellement sur l'encre. Cette action va dépendre principalement de deux caractéristiques de l'encre : la viscosité et la tension de surface. Cette analyse a été présentée par Kaza (2006). Il argumente (Fig. 2-13) que la racle peut entraîner l'encre lors de son passage, ce qui peut amener à l'extraction du fluide des cellules.

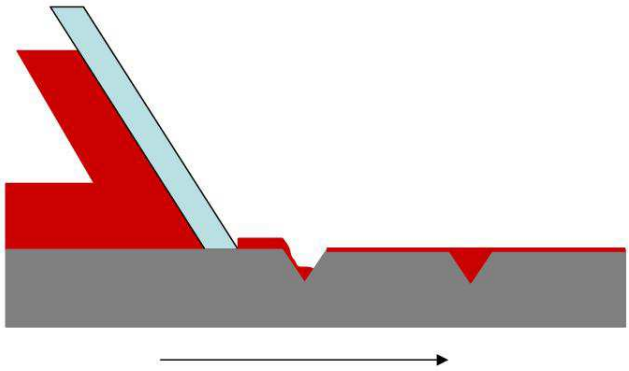


Figure 2-13 - Entrainement de l'encre par la racle

Cela pose évidemment un problème et il faut s'assurer que les propriétés des encres permettent un bon remplissage des cellules. Si tel est le cas, alors l'encre, après un certain temps, réintègre la cellule (Fig. 2-14).

S'il arrive, en revanche, que de l'encre persiste entre deux cellules, alors il peut survenir un excès d'encre sur le support à imprimer, créant ainsi une zone avec une intensité de couleur différente de celle souhaitée.

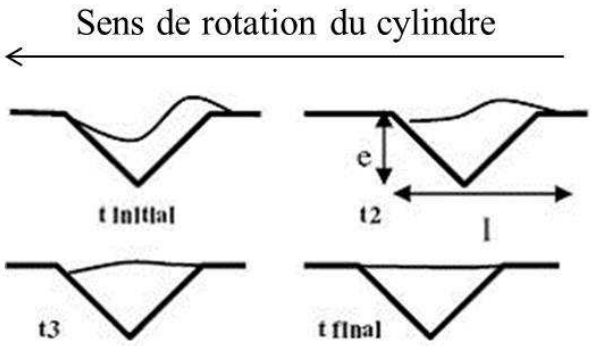


Figure 2-14 - Comportement de l'encre dans la cellule juste après le raclage (Kaza, 2006)

2.2.3. Le transfert de l'encre sur le support – présentation

C'est l'un des mécanismes critiques du procédé. C'est à ce moment que « tout se joue » : l'encre va quitter les cellules du cylindre encreur pour se déposer sur le support. Ce paragraphe présente le mécanisme de transfert de manière générale. Ce mécanisme a été décrit, via des observations, par Yin et Kumar (2006) ou encore Lee et al. (2012).

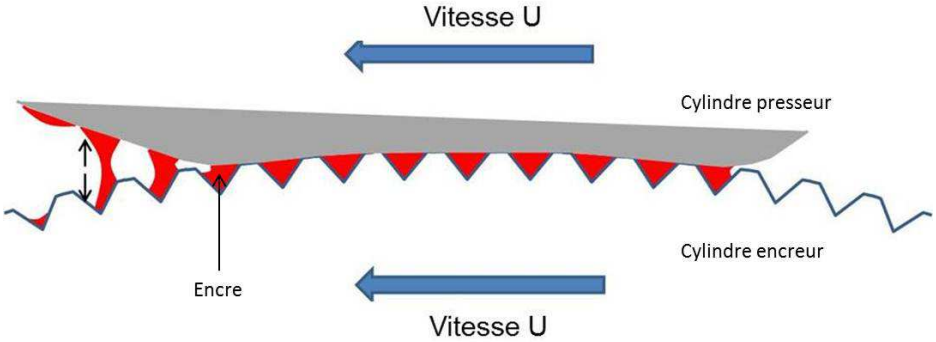


Figure 2-15 – Schéma de principe du transfert de l'encre sur le support

La Figure 2-15 présente le schéma de principe du transfert de l'encre sur le support, avec la création de filaments et leur rupture.

Yin et Kumar (2006) ont ainsi observé le transfert d'un fluide (glycérine) sur un support en verre passant au-dessus de la cellule remplie. La profondeur et la largeur de la cellule qu'ils ont utilisée sont de l'ordre du mm, cependant la longueur de la cellule est de 2,5 mm, ce qui n'est pas représentatif d'un procédé d'impression : nous n'aurons pas l'influence des bords de la cellule. Cela dit, l'observation reste intéressante et est effectuée dans deux cas : lorsque la cellule est juste remplie et lorsque la cellule est sur-remplie. Dans le premier cas, le passage du support permet l'observation présentée Figure 2-16, où l'entrefer entre le support et la cellule est nul. Dans le deuxième cas, l'entrefer entre la cellule et le support est positif, et le support vient à la rencontre de la partie du fluide en surplus (Fig. 2-17).

Dans le cas d'une cellule juste remplie, le transfert démarre avant que le support ne soit complètement au-dessus de la cellule. Ainsi, sur la Figure 2-16 (a et b), le support arrive au-dessus de la cellule - (c) un ménisque se forme – (d) le liquide s'écoule rapidement sur le support – (e) la cellule est presque vide. Dans le cas de la cellule sur-remplie, il y a création

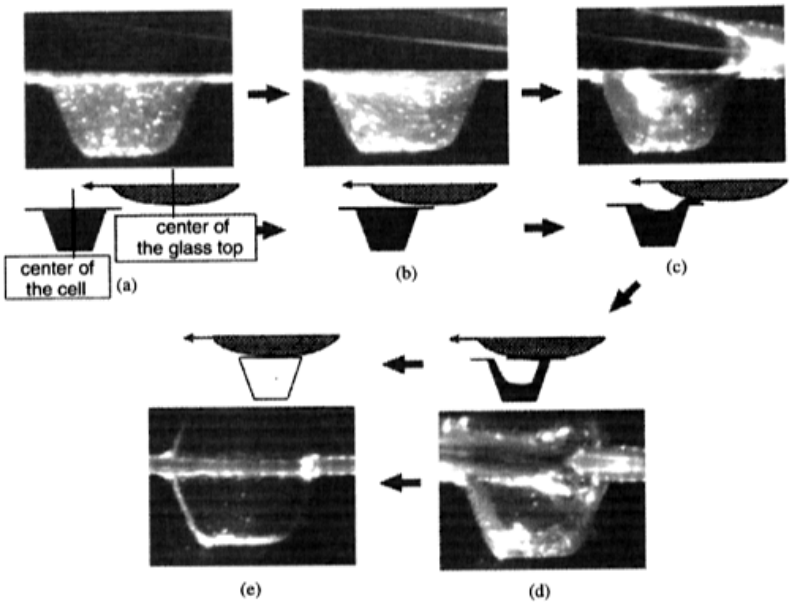


Figure 2-16 - Mécanisme de transfert dans le cas d'une cellule remplie sans surplus (Yin et Kumar, 2006) - (a et b) le support arrive au-dessus de la cellule - (c) un ménisque se forme – (d) le liquide s'écoule rapidement sur le support – (e) la cellule est presque vide

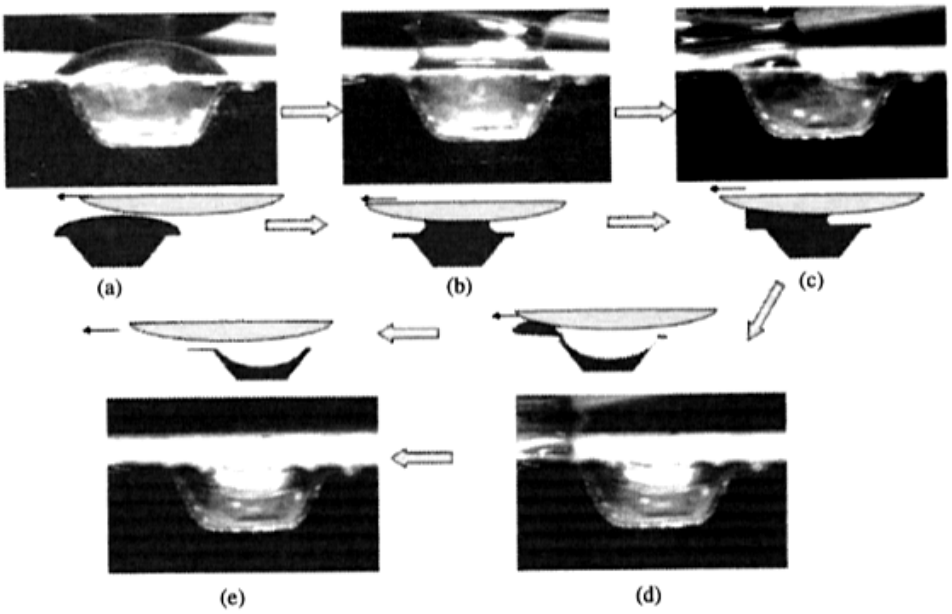


Figure 2-17 - Mécanisme de transfert dans le cas d'une cellule remplie avec surplus (Yin et Kumar, 2006) - (a) le support arrive au-dessus de la cellule - (b) le support touche le liquide et cela crée un pont entre la cellule et le support – (c) le ménisque entraîne l'encre hors de la cellule – (d) le ménisque se déplace sur le côté de la cellule – (e) la cellule est presque vide

d'un ménisque lorsque le support est complètement au-dessus de la cellule (Fig. 2-17) : (a) le support arrive au-dessus de la cellule - (b) le support touche le liquide et cela crée un pont entre la cellule et le support – (c) le ménisque entraîne l'encre hors de la cellule – (d) le ménisque se déplace sur le côté de la cellule – (e) la cellule est presque vide.

Lee et al. (2012) ont quant à eux développé un dispositif d'enduction afin d'observer en trois dimensions le transfert d'un fluide depuis une cellule vers un support (cylindrique) (Fig. 2-18). Ainsi, ils ont placé une caméra parallèle au procédé et une perpendiculaire. Il est à noter que le cylindre n'est pas en contact avec la cellule, il y a un entrefer de l'ordre de 10^{-1} mm (Fig. 2-19). Ils ont mis en évidence que le transfert d'un liquide sur un support dépendait de la stabilité du pont de liquide créé entre la cellule et le support (Fig. 2-20).

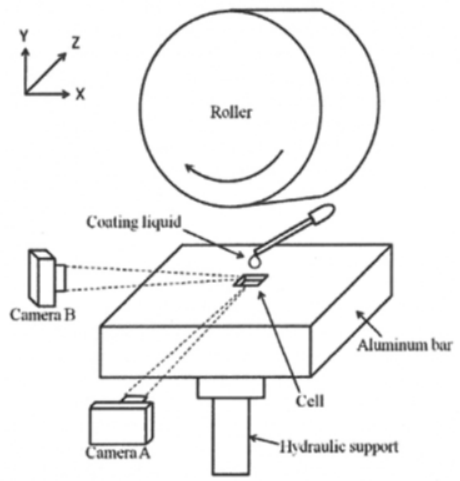


Figure 2-18 - Dispositif d'observation (Lee et al., 2012)

Par ailleurs, là où d'autre auteurs, (Yin et Kumar, 2006; Chuang et al., 2008) admettent que le pont formé reste au-dessus de la cellule, Lee et al., par leurs observations, montrent que le ménisque se déplace dans le sens de l'enduction (on rappellera qu'il existe un entrefer non-nul et que, dans le cas d'un contact entre la cellule et le support, seuls Yin et Kumar (2006) ont fait des observations). Nous pouvons l'observer Figure 2-20.

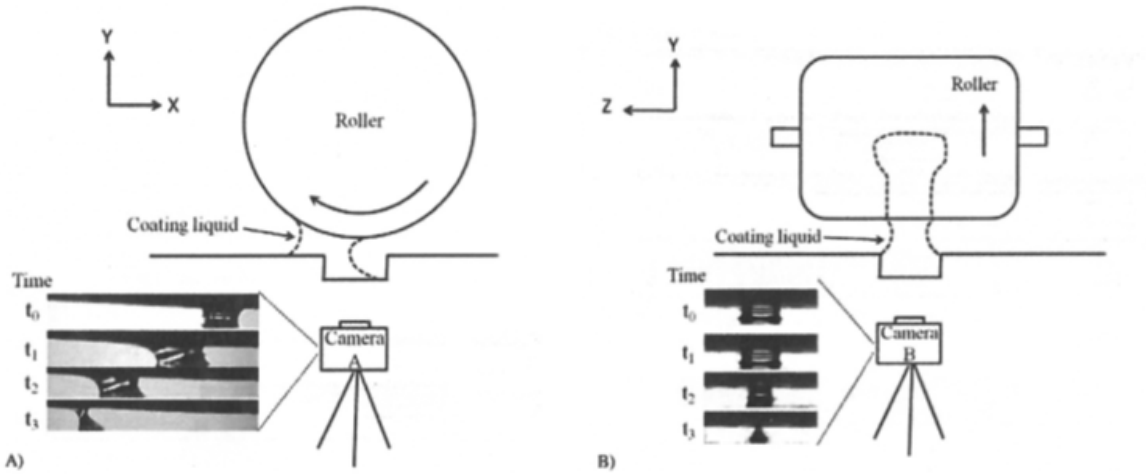


Figure 2-19 - Visualisation 3D - (A) vue de côté, (B) vue de face (Lee et al., 2012)

Il sera intéressant de savoir ce qu'il en est dans le cas où l'entrefer est nul car, si l'on considère qu'il y a également avancée d'un ménisque dans le sens de production, cela rendrait très compliquée la représentation de la forme des cellules sur le support imprimé.

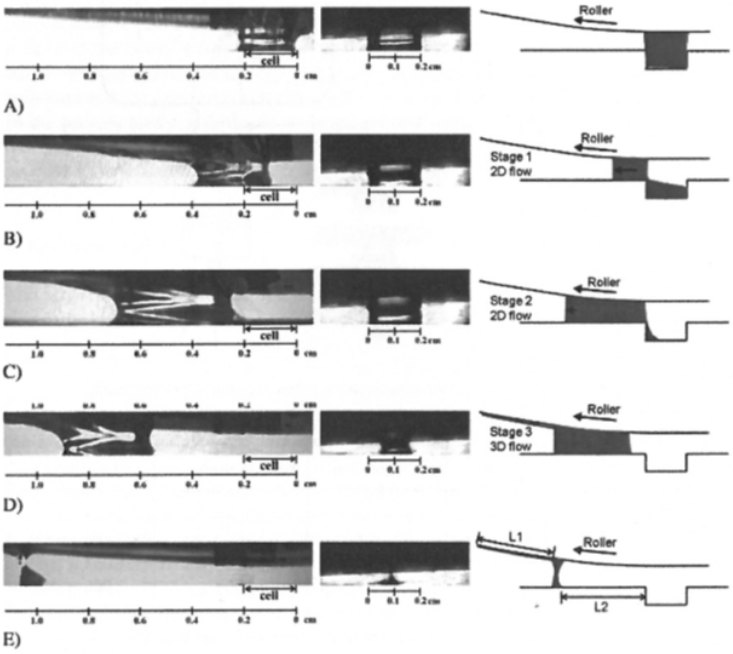


Figure 2-20 - Déplacement du pont créé entre la cellule et le support par l'encre dans le sens de l'enduction (Lee et al., 2012)

2.3. Influence des paramètres procédés sur l'imprimabilité

Nous l'avons vu, la nature du procédé d'impression joue elle-même un rôle sur la qualité d'impression. Ces paramètres sont inhérents au procédé et leur modification, au sein d'une unité de production, s'avère difficile. Par contre, il va nous être possible de contrôler les paramètres de réglage appliqués au procédé et qui, nous le verrons, ont une grande influence sur le produit final.

Nous évoquons ici l'influence du cylindre encreur sur l'imprimabilité, ainsi que les trois paramètres procédés modifiables : la vitesse d'impression, la pression du contre-cylindre et l'angle de raclage.

2.3.1. Influence des cellules du cylindre encreur sur l'imprimabilité

Le cylindre encreur agit directement sur l'impression. C'est lui qui va donner le dessin final au produit. Ainsi, les cellules le composant ont un rôle majeur.

Chuang et al. (2008) ont observé le transfert d'un fluide d'une cellule (et même plusieurs) sur un support. Il est à noter que, dans cette étude, le support est un cylindre et qu'il existe un entrefer entre le cylindre et la cellule (Fig. 2-21).

Dans ce cas, la cellule est pyramidale alors que, dans le cas de Yin et Kumar (2006) la section est trapézoïdale. L'étude porte également sur l'influence d'une cellule, mais aussi de deux, trois et quatre cellules (Fig. 2-22). Notons ici que, contrairement aux cylindres encreurs utilisés dans la pratique, les cellules ne sont pas orientées selon la pointe dans le sens de production, mais selon une face de la forme carrée de la cellule.

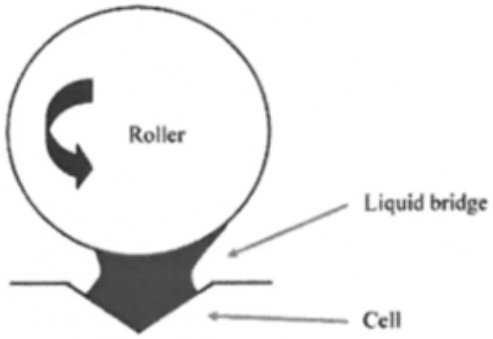


Figure 2-21 - Existence d'un entrefer entre le cylindre et la surface de la cellule (Chuang et al., 2008)

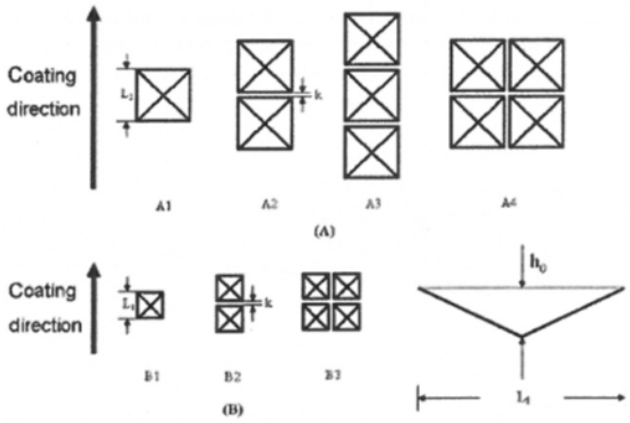


Figure 2-22 - Orientation des cellules selon la direction d'enduction et représentation des configurations de cellules étudiées, avec différentes tailles de cellules (Chuang et al., 2008)

Il est mis en évidence que l'augmentation du nombre de cellules (les configurations A1, A2, A3 et A4 de la Figure 2-22) amenait à une diminution de la quantité de fluide transférée, quelle que soit la vitesse (Fig. 2-23). Cette quantité est définie par le paramètre Φ : 0 définissant un transfert d'encre nul et 1 un transfert d'encre total.

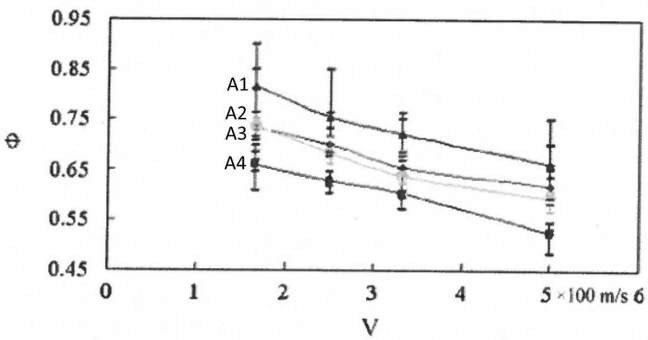


Figure 2-23 - Effet du nombre de cellules sur la quantité de fluide transféré (Chuang et al., 2008)

Afin de déterminer Φ, les auteurs ont procédé comme suit :

- La solution est injectée dans la cellule avec une seringue : la masse de la seringue est mesurée avant et après injection. Ainsi, la masse de solution injectée est connue ;

- Le cylindre sur lequel est déposée la solution est pesé avant et après dépôt. Ainsi, la masse de solution transférée est connue.

La quantité de fluide transférée est donc le ratio entre la masse de solution transférée sur le cylindre et la masse de solution initialement présente dans la cellule.

De plus, les auteurs Chuang et al. (2008) mettent en évidence des résidus de fluide après le passage du support. Ces résidus se situent en aval de la cellule en fonction du sens de production (Fig. 2-24). Nous observons nettement que, pour les configurations avec 3 et 4 cellules, le résidu de fluide est important, plus important que pour 1 ou 2 cellules.

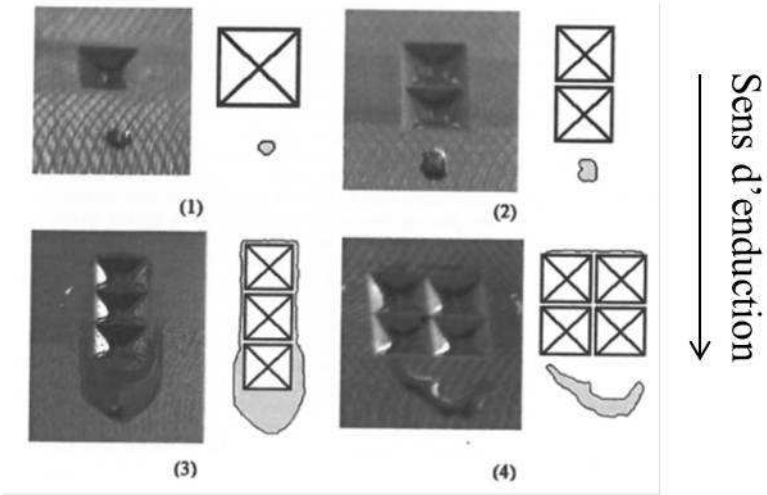


Figure 2-24 - Effet du nombre de cellule sur le résidu de fluide non transféré sur le support (Chuang et al., 2008)

Une autre étude, menée par Lee et al. (2012), a cherché à déterminer l'influence de la forme de la cellule sur l'imprimabilité en utilisant une cellule rectangulaire et une cellule pyramidale (Fig. 2-25).

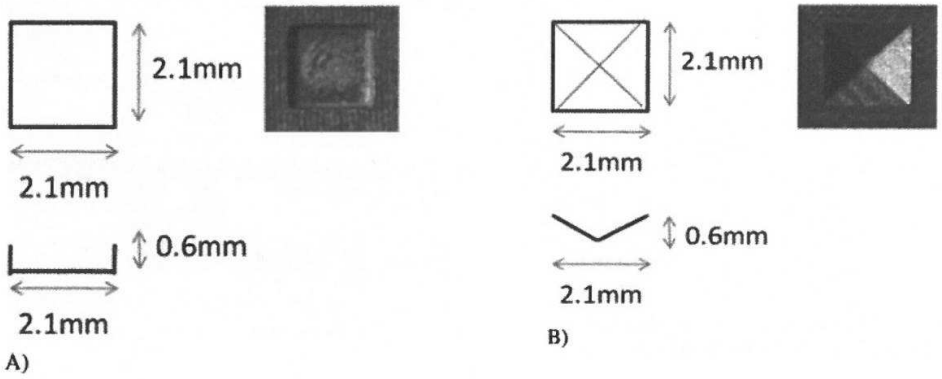


Figure 2-25 - Deux formes de cellules étudiées par Lee et al. (2012) - (A) rectangulaire - (B) pyramidale

Lee et al. (2012) ont mis en évidence qu'il est plus facile d'extraire un liquide depuis une cellule pyramidale. En effet, dans une forme cubique, il y a quatre zones de convergence, correspondant aux quatre coins, alors que, dans une forme pyramidale, il n'y a qu'une seule zone de convergence, correspondant au sommet de la pyramide.

2.3.2. Vitesse d'impression

Parmi les trois paramètres procédés qu'il est possible de contrôler directement, la vitesse d'impression apparaît comme celui qui a l'influence la plus importante sur la qualité d'impression. La vitesse d'impression varie selon l'application. Ainsi, pour l'impression des journaux, la vitesse peut atteindre aisément les 600 à 800 m/min tandis que, pour la production de revêtements de sol, la vitesse est de l'ordre de 25 à 30 m/min et va rarement au-delà, car l'impression est la plupart du temps suivie par l'ajout d'une sous-couche et/ou suivie du grainage du revêtement (lorsque l'on veut un design avec un relief particulier). En quoi la vitesse d'impression influe-t-elle sur la qualité ?

Lorsque le trio cylindre encreur / support / contre-cylindre est en contact, c'est sur une surface donnée (nous verrons qu'elle dépend de la pression appliquée sur le contre-cylindre) et non sur une ligne décrivant la largeur du support. Ainsi, cette aire de contact, associée à une vitesse, implique un certain temps de contact. Ce temps de contact a alors une influence importante sur l'impression, via le transfert de l'encre sur le support. Ainsi, Bery (1985) met en évidence que l'image de la cellule sur le support sera d'autant plus respectée que la vitesse sera élevée (Fig. 2-26). Il y aura moins d'étalement de l'encre autour de la cellule (plus précisément en aval de la cellule, en fonction du sens du procédé) : cela est directement lié au temps de contact entre l'encre dans la cellule et le support, donc à la vitesse d'impression.

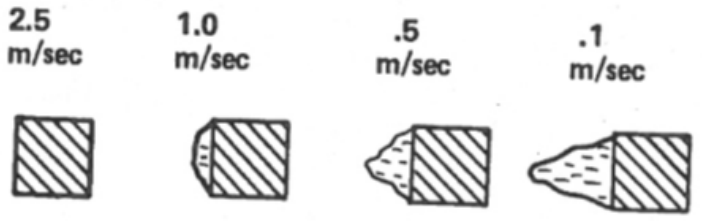


Figure 2-26 - Influence de la vitesse d'impression sur le dépôt d'encre sur le support (Bery, 1985)

Par ailleurs, une autre conséquence du temps de contact entre le cylindre encreur et le support est que la quantité d'encre transférée des cellules vers le support diminue lorsque la vitesse d'impression augmente. Cela a été mis en évidence par Elsayad et al. (2002), par l'insertion de cuivre qui fait office de « traceur » dans les encres utilisées pour leur étude (une à base de résine maléique, l'autre à base d'éthylcellulose). Ils ont déterminé, par des mesures d'absorption atomique, la quantité de cuivre présente dans l'encre déposée sur le support, la comparant ensuite à la quantité initiale avant impression dans la cellule (de largeur et de profondeur de l'ordre de la dizaine de micromètres). La Figure 2-27 présente l'influence de la vitesse d'impression sur la quantité d'encre transférée. Ces résultats ont été confirmés par Chuang et al. (2008) (Figure 2.23). Nous constatons que, dans tous les cas, 20 à 40 % seulement du fluide disponible est transféré.

Sankaran et Rothstein (2012) ont également étudié l'influence de la vitesse sur le transfert de l'encre. Dans leur étude, ce n'est pas exactement la vitesse d'impression mais la vitesse de séparation du support par rapport au cylindre encreur. En effet, ils ont utilisé un système de traction pour imiter le mécanisme de transfert d'un fluide sur une plaque (Fig. 2-28) et l'ont testé sur un fluide à base de polyéthylène oxyde (PEO). Les cellules ont ici des dimensions de l'ordre du millimètre, ce qui est mille fois plus grand que les cellules étudiées par Elsayad et al. (2002).

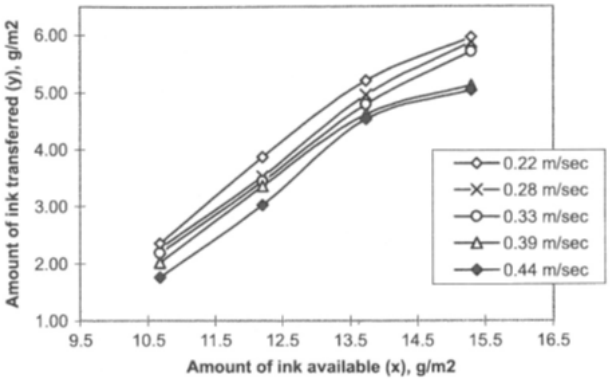


Figure 2-27 - Influence de la vitesse d'impression sur la quantité d'encre transférée depuis les cellules sur le support – 0,22 m/sec correspond à 13,2 m/min (Elsayad et al., 2002)

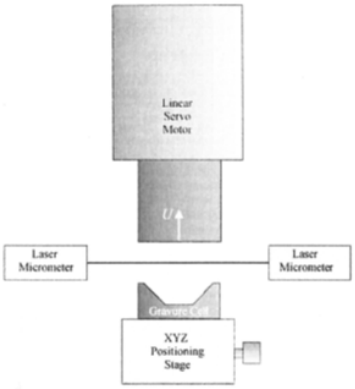


Figure 2-28 - Schéma de principe de l'appareillage utilisé par Sankaran et Rothstein (2012)

Ainsi, ils ont pu filmer l'évolution du transfert de l'encre à différents temps et pour différentes vitesses (Fig. 2-29).

Dans cette publication, il n'est pas montré à quel moment la décohésion de l'encre se fait. Lee et al. (2012) en ont fait l'analyse dans leur observation en trois dimensions (Fig. 2-19). Ils ont mis en évidence que, pour une vitesse multipliée par 3, la rupture intervenait 8 fois plus rapidement.

Il est à noter que l'influence de la vitesse d'impression se fait principalement par l'observation d'échantillons imprimés, plutôt que par la théorie, et que la vitesse influe sur la qualité d'impression via le transfert de l'encre.

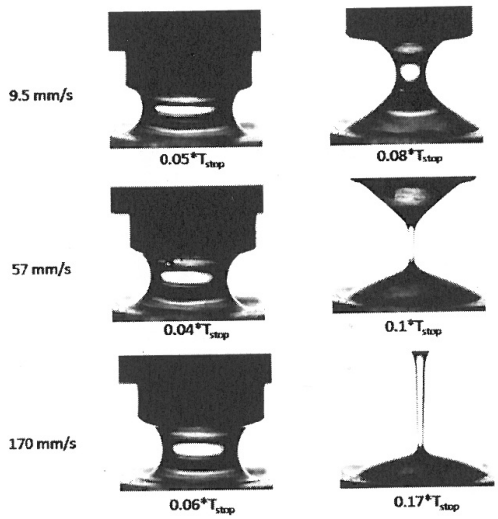


Figure 2-29 - Série d'images du transfert de fluide d'une cellule sur une plaque pour différentes vitesses - T_{stop} correspond à la durée totale de l'acquisition (3,2 s puis 0,53 s puis 0,18 s) (Sankaran et Rothstein, 2012)

2.3.3. Pression du cylindre presseur

Comme nous venons de l'évoquer brièvement dans le paragraphe précédent, la pression appliquée sur le support lors du contact avec le cylindre encreur a une importance non négligeable. Le cylindre presseur est un manchon généralement en acier, recouvert d'une couche d'élastomère. Cette couche possède un faible module élastique et se déforme facilement lorsqu'une pression y est appliquée. Nous n'aurons donc pas une ligne de contact entre le support et le cylindre encreur, mais une surface de contact (Fig. 2-30). L'aire de cette surface de contact va varier suivant la charge appliquée sur le cylindre presseur, ainsi que suivant les caractéristiques mécaniques des cylindres.

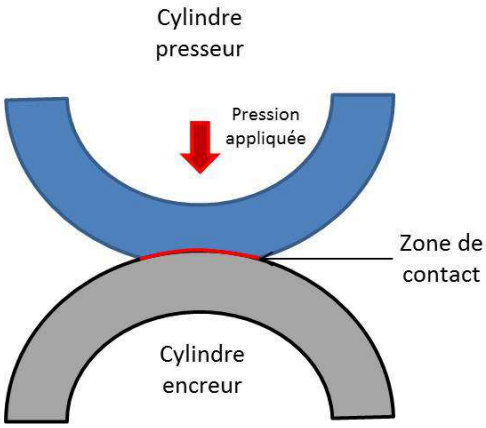


Figure 2-30 - Représentation de la surface de contact entre le cylindre presseur et le cylindre encreur

Une première étude, faite par Hertz (1881), analyse le contact entre deux solides déformables. Il y détermine les dimensions de l'aire de contact, la distribution de pression et la déformation des surfaces dans le contact entre les deux solides. Dans le cas d'un contact entre deux cylindres, nous allons parler de contact linéaire. Dans ce cas, il n'y pas de support film entre les deux solides. La Figure 2-31 montre la schématisation du contact linéaire, avec la distribu-

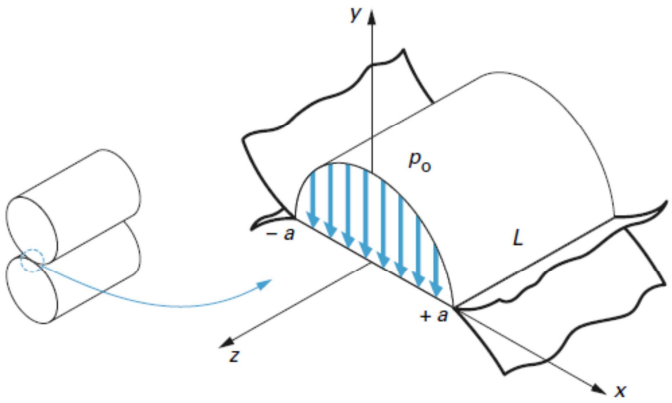


Figure 2-31 - Pression hertzienne entre deux cylindres (Flamand, 2013)

tion de pression déterminée par Hertz (1881) et reprise par Flamand (2013) dans les Techniques de l'Ingénieur.

Les caractéristiques essentielles pour l'étude du contact linéaire entre deux cylindres de même longueur L sont leurs rayons R_1 et R_2, leurs modules élastiques E_1 et E_2, ainsi que leurs coefficients de Poisson ν_1 et ν_2 (Fig. 2-32).

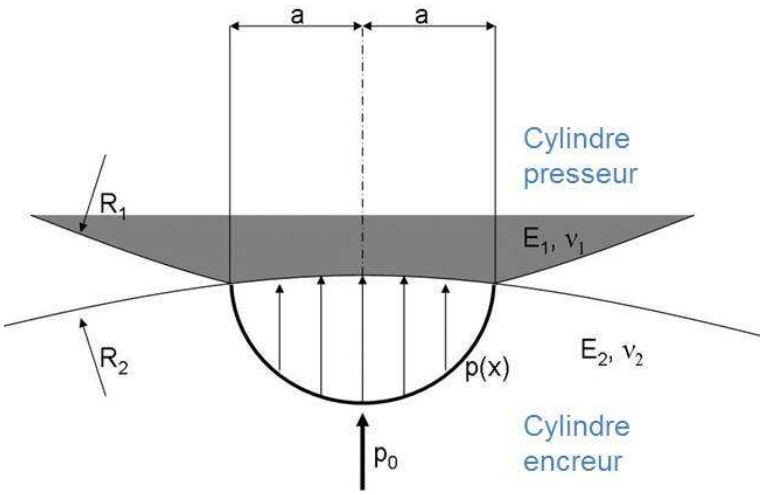


Figure 2-32 - Caractéristiques des deux cylindres en contact

Les travaux de Johnson (1985) résument les grandeurs qui seront utiles pour déterminer la distribution de pression ainsi que l'aire de contact entre les deux cylindres :

- Le module élastique réduit

$$E^* = \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}\right)^{-1} \qquad (5)$$

- Le rayon équivalent

$$R_{eq} = \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right)^{-1} \qquad (6)$$

Lorsqu'une force F est appliquée sur un cylindre avec l'autre cylindre, Johnson (1985) détermine la longueur de contact *2a* :

$$2a = \frac{4}{\sqrt{\pi}}\sqrt{\frac{R_{eq}}{E^*}.\frac{F}{L}} \qquad (7)$$

La variation de pression dans le contact est :

$$p(x) = p_0\left(1 - \left(\frac{x}{a}\right)^2\right)^{\frac{1}{2}} \qquad (8)$$

où p_0 est la pression maximale dans le contact :

$$p_0 = \frac{2F}{\pi a L} = \left(\frac{FE^*}{\pi L R_{eq}}\right)^{\frac{1}{2}} \qquad (9)$$

Ainsi, la pression moyenne p_m peut s'exprimer par :

$$p_m = \frac{\pi}{4}p_0 = \frac{F}{2aL} \qquad (10)$$

Le cas qui va souvent être rencontré, notamment dans notre étude, est la rencontre entre deux cylindres aux propriétés différentes, souvent le contact entre un cylindre au revêtement en élastomère et un cylindre en acier, ou aluminium, i.e. présentant un module élastique beaucoup plus important. Nous aurons ainsi un cylindre qui va fortement se déformer (cylindre présentant une couche d'élastomère) et un cylindre dont la déformation sera négligeable (cylindre en acier par exemple).

De plus, dans le cas qui nous intéresse, il y a la présence d'un film polymère entre les deux cylindres, d'une épaisseur de 0,2 à 2 mm environ. Quelle va être l'influence de la présence du support sur le profil de pression ? En premier lieu, l'existence d'un film polymère va influer sur la distribution de pression. En effet, le film va « absorber » une petite partie de la pression moyenne et l'aire de la surface de contact va non pas diminuer, mais augmenter en représentant la pression sur la largeur *2a*. Cependant, pour des épaisseurs de film de l'ordre du mm, cette influence est minime (Sollogoub, 2003 ; Takase et al., 2002 ; Bohan et al., 2000). En second lieu, la distribution de pression va également avoir une influence sur le film polymère, notamment sur son épaisseur. Sollogoub (2003) a montré que, pour des films de faible épaisseur (de l'ordre de 0,1 mm), l'hypothèse de création de bourrelet de Takase et al. (2002) est irréaliste. Il a aussi montré que la variation d'épaisseur du film est très petite (inférieure à 1%).

Par ailleurs, il a été montré par Elsayad et al. (2002) que plus la pression du cylindre presseur est importante, plus la quantité d'encre transférée est faible (Fig. 2-33). Dans cet article, la pression est définie par des chiffres : 1, 2, 3 et 4. Il n'y a pas d'unité présentée, ce qui ne permet pas de connaître l'ordre de grandeur de pression.

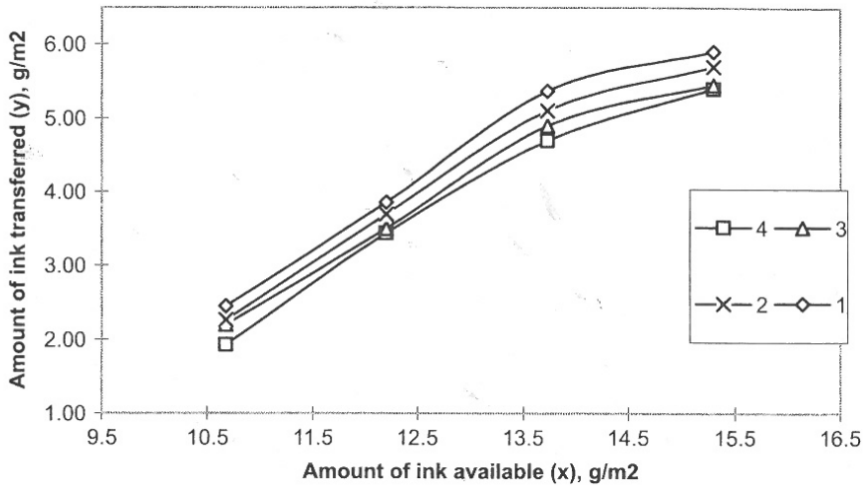


Figure 2-33 - Influence de la pression sur la quantité d'encre transférée depuis les cellules sur le support (Elsayad et al., 2002)

2.3.4. Raclage de l'excès d'encre

La qualité d'impression est influencée par le raclage, non pas concernant le motif lui-même, mais l'intensité de la couleur. Lorsque l'angle de raclage augmente, l'image finale apparaîtra plus « claire » (Boissonnet, 2007 – Fig. 2-34).

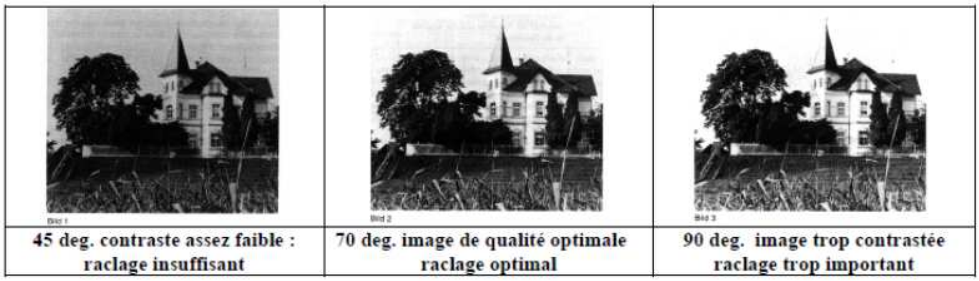


Figure 2-34 - Influence de l'angle de raclage sur la qualité d'impression (Boissonnet, 2007)

En effet, si l'on reprend le paragraphe 2.2.2., nous constatons que si l'angle de raclage est trop faible, il peut y avoir perte de contact entre la racle et le cylindre encreur. Ceci laisse à penser qu'une diminution de l'angle de raclage implique qu'une quantité d'encre plus importante va s'écouler sous la racle et ainsi altérer la teinte du motif désiré.

2.3.5. La température de séchage

Le séchage semble à première vue un élément important en héliogravure. En effet, plusieurs effets néfastes peuvent apparaître si le séchage n'est pas total :

- L'encre peut s'écouler sur le support ;
- Si une autre impression est prévue à la suite, la nouvelle encre peut se mélanger à l'encre qui n'est pas encore sèche ;
- Si l'on dépose une couche d'usure sur le film imprimé non-sec, cela altèrera le motif, et la qualité finale du film en sera sérieusement affectée.

En héliogravure, nous aurons, pour chaque encre, deux températures de séchage :

- La première température est la température ambiante, qui se situe entre le moment du transfert de l'encre des cellules du cylindre encreur vers le support, et l'entrée dans le four ;
- La deuxième température est la température donnée au four.

Si le mécanisme de séchage est équivalent pour les deux températures, la vitesse de séchage est, quant à elle, modifiée, car la distance à parcourir entre deux têtes d'impression ou bien avant le procédé suivant ne varie pas.

Dans la bibliographie, nous n'avons pas trouvé de publication sur le séchage à proprement parler. Cependant, nous évoquerons ici le principe de séchage d'une goutte de solution, pour des petites tailles de goutte, inférieures à 1 µL (notons que les cellules du cylindre encreur peuvent contenir une quantité d'encre de l'ordre du nL).

Les premières études sur la forme du profil d'évaporation le long de l'interface eau/air d'une goutte d'eau sont dues à Deegan et al. (2000), qui ont fait une analogie avec les principes de l'électromagnétisme. Cette étude a été résumée par Tay (2009) (Fig. 2-35).

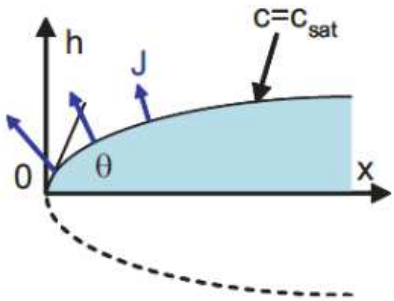


Figure 2-35 - Goutte de liquide faisant un angle de contact θ avec le substrat (Deegan et al., 2000)

Une simulation par éléments finis du profil de concentration d'eau dans la phase vapeur au cours de l'évaporation a été effectuée par Hu et Larson (2002). Ils ont mis en évidence que la concentration d'eau n'évolue réellement que dans une distance proche du rayon de la goutte, i.e. sur les bords de la goutte. Par ailleurs, dans une autre étude, Hu et Larson (2005 a) ont déterminé le champ de vitesse dans la goutte elle-même (Fig. 2-36).

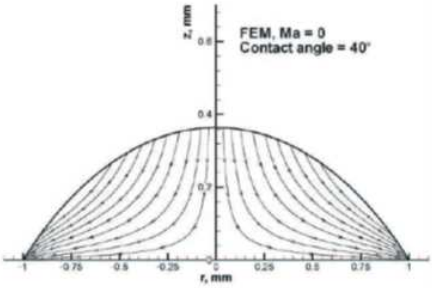


Figure 2-36 – Ligne de courant dans la goutte (Hu et Larson, 2005 a)

Cependant, dans ce cas, leur modèle est isotherme. En rajoutant l'effet du gradient de température le long de l'interface eau/air (qui est la conséquence du gradient d'évaporation), Hu et Larson (2005 b) ont mis en évidence que le flux, près de l'interface eau/air, peut s'in-

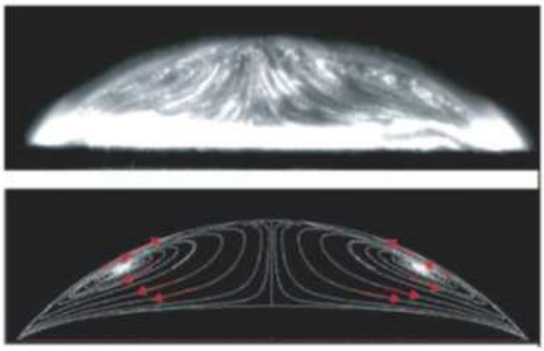


Figure 2-37 – Recirculation du fluide à l'intérieur de la goutte (Hu et Larson, 2005 b)

verser (Fig. 2-37). C'est l'effet Marangoni, qui désigne les phénomènes de transport de matière le long d'une interface en fonction de la tension superficielle. Cet effet implique donc un flux de liquide vers les zones où la tension de surface est la plus élevée.

Si le liquide considéré est l'eau pure, le processus d'évaporation est le suivant (Boissonnet, 2007) (Fig. 2-38) :

- Le diamètre de la goutte reste constant, mais sa hauteur et donc l'angle de contact diminuent ;
- Le diamètre diminue tandis que l'angle de contact reste constant (ainsi la hauteur diminue également) ;
- Le diamètre et l'angle de contact diminuent jusqu'à ce que l'on obtienne un volume de goutte nul.

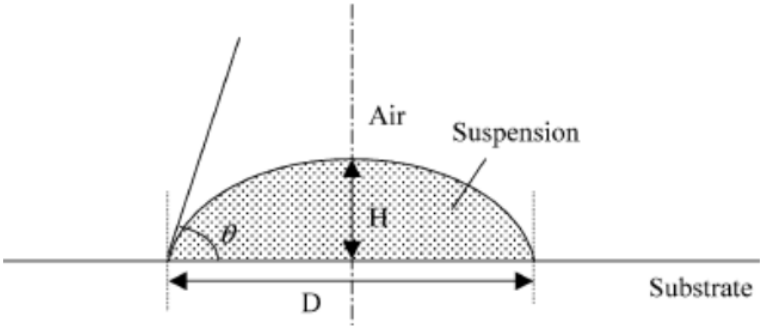


Figure 2-38 – Schématisation de l'encre (Wang et Evans, 2007)

Cela étant, les liquides que nous utilisons pour notre étude sont des encres, i.e. des suspensions de pigments et de dispersants dans un mélange de solvants. Le solvant permet l'impression (à l'état fluide) et ensuite s'évapore, afin de ne laisser que les pigments.

Au cours de l'évaporation, Wang et Evans (2007) ont mis en évidence que les particules inorganiques sont entraînées vers les bords de la goutte. On pourrait y retrouver une analogie avec l'effet Marangoni. Le mécanisme de l'évaporation est alors largement influencé par le taux dispersant présent dans la solution (Fig. 2-39) :

- S'il y a trop de dispersant, le diamètre de la goutte est constant tout le long du séchage, la hauteur et l'angle de contact, quant à eux, diminuent ;

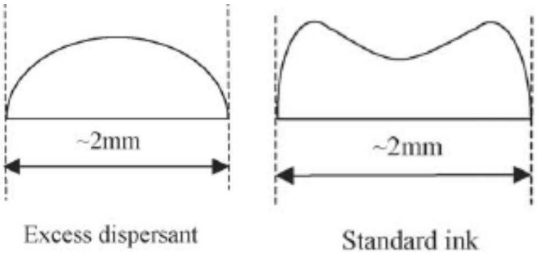


Figure 2-39 – Deux mécanismes d'évaporation d'une goutte, pour un fluide présentant un excès de dispersant et pour une encre standard (Wang et Evans, 2007)

- Si la proportion de dispersant est normale ou insuffisante, le diamètre ne varie pas, la hauteur et l'angle de contact vont diminuer en même temps puis, l'angle de contact va se stabiliser mais la hauteur va quant à elle continuer à diminuer. Cela implique un effondrement du dôme (image de droite sur la Fig. 2-39)

L'effondrement de la partie centrale s'explique par le fait que les particules se sont déplacées vers les bords de la goutte.

2.4. Influence des paramètres matériaux sur la qualité d'impression

La qualité d'impression est directement influencée par de nombreux paramètres. Il y a certes les paramètres procédés, mais aussi les paramètres liés aux matériaux utilisés pour l'impression, i.e. l'encre et le support. Ce paragraphe a pour but de résumer l'influence des paramètres matériaux sur la qualité d'impression, au travers d'une revue bibliographique. Il est à noter que ces paramètres ont une influence sur le mécanisme de transfert de l'encre des cellules vers le support.

2.4.1. Les paramètres inhérents à l'encre

L'encre est un paramètre capital de l'impression. Elle doit être adaptée au support évidemment, offrir une couleur homogène et permettre une qualité finale du produit optimale. Lorsqu'une formulation d'encre est développée, il est important d'ajuster les propriétés suivantes (Bohan et al., 2000) :

- La tension de surface de l'encre et l'angle de contact avec le support à imprimer ;
- Le comportement rhéologique ;
- La nature et le pourcentage de pigments ;
- Les propriétés colorimétriques.

Composition d'une encre

Avant de mettre en lumière les études faites sur l'influence des propriétés des encres, il est nécessaire de décrire la composition de l'encre :

- Les pigments : les pigments sont des poudres de granulométrie de l'ordre de 1 à 5 µm. Ils sont mélangés avec le liant et le solvant : ils apportent la couleur et l'opacité de l'impression. Ils contribuent également à la résistance à l'abrasion et à la dureté du support.
- Les liants : le rôle des liants est d'assurer d'un côté la cohésion et la flexibilité des pigments et des charges entre eux et, d'un autre côté, d'assurer l'adhérence de l'encre sur le support. En général, les liants sont des composés organiques et sont ajoutés à

l'encre (pigments, soit sous forme de poudre, soit sous forme de pâte pigmentaire) comme par exemple les liants vinyliques, les latex, ou encore les caoutchoucs chlorés.

- Le solvant : le solvant, ou composé volatil, est un liquide qui va permettre l'application de l'encre sur le support avant de s'évaporer. Dans notre étude le solvant utilisé est de l'eau.
- Les charges : les charges sont des composés se présentant sous forme de poudre. Elles permettent d'ajuster les propriétés rhéologiques de l'encre finale.
- Les additifs : des additifs sont ajoutés pour apporter ou modifier certaines propriétés aux encres : ils peuvent jouer le rôle d'agent rhéologique, d'agent anti-mousse, de catalyseur de réaction, de plastifiant…

Influence sur la qualité d'impression

De nombreuses études ont caractérisé l'influence des propriétés de l'encre sur la qualité d'impression. Nous résumerons ici les études expérimentales.

Intuitivement, il semble évident que l'encre est un des acteurs essentiel en impression. La qualité de l'image finale est directement liée aux propriétés de l'encre utilisée, via son transfert depuis les cellules. Lee et al. (2009) par exemple ont étudié l'influence couplée de la viscosité et de la tension de surface d'une encre aqueuse sur l'imprimabilité de deux supports :

- Un support BOPP (Polypropylène Bi-Orienté) dont l'énergie de surface est estimée à 29,1 mN/m ;
- Un support PET dont l'énergie de surface est estimée à 40,1 mN/m.

Plusieurs encres ont été utilisées. Pour changer leurs propriétés, on modifie la concentration en éthanol. Leur viscosité est mesurée avec un viscosimètre Brookfield et leur tension de surface avec un goniomètre de mouillage. Les propriétés sont présentées Figure 2-40.

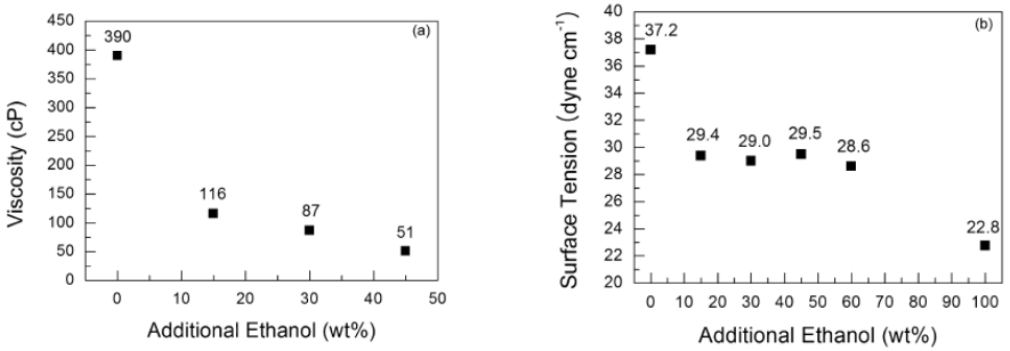


Figure 2-40 – Propriétés des encres utilisées par Lee et al. (2009)

Notons que dans la Figure 2.40a, les résultats obtenus avec les encres présentant 60 et 100 % d'ajout en éthanol (en masse) ne sont pas présentés. L'encre sans ajout d'éthanol possède les plus hautes viscosités et tension de surface. Un ajout d'éthanol diminue considérablement la viscosité et la tension de surface et si, à 15, 30 et 45 % d'ajout en éthanol, la viscosité varie, la tension de surface est, quant à elle, maintenue stable.

Ainsi, en considérant une forme de cellule telle que présentée Figure 2-41, les auteurs obtiennent les visualisations présentées Figure 2-42 (les essais sont effectués à 100 m/min, avec une pression du cylindre presseur de 2,2 kg/cm²).

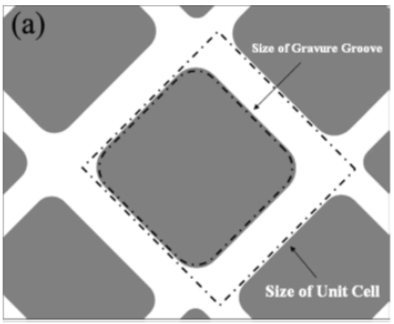


Figure 2-41 – Représentation des cellules dans l'étude de Lee et al ; (2009)

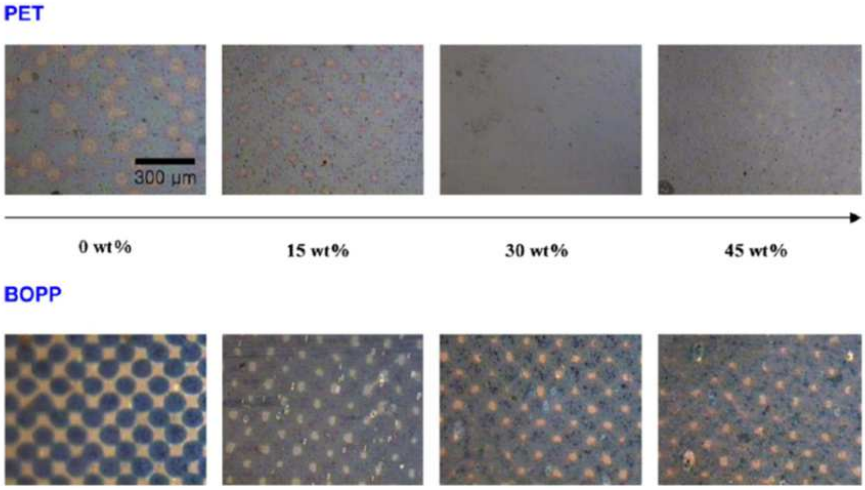


Figure 2-42 - Influence de l'augmentation de la tension de surface et de la viscosité sur la qualité d'impression sur le support PET et le support BOPP (Lee et al., 2009)

Nous constatons que, pour le BOPP et l'encre présentant la viscosité et la tension de surface les plus hautes, la situation de « point par point » est presque acquise, même si nous notons que la forme initiale des cellules n'est pas complètement représentée. Lorsque la tension de surface est stable et que la viscosité diminue, il semble que la distribution de l'encre est similaire. En revanche, nous constatons une forte dépendance du support utilisé. En effet, pour le PET qui possède une énergie de surface supérieure à celle du BOPP et donc qui assure de meilleures interactions avec l'encre, nous constatons un étalement de l'encre plus important, ce qui montre l'influence des interactions support/encre.

Par ailleurs, l'étude de Lee et al. (2009) présente une limite : elle porte sur l'évolution simultanée de la viscosité et de la tension de surface. Il serait plus intéressant de connaître l'influence de chacun des deux paramètres indépendamment.

Elsayad et al. (2002) ont déterminé l'influence de la viscosité de l'encre sur la quantité d'encre transférée (Fig. 2-43). La mesure de la viscosité est faite ici par coupe : un réservoir

percé (que l'on bouche au préalable) est rempli d'encre, ensuite on débouche le trou et l'encre met un certain temps à s'écouler. Plus l'encre est visqueuse, plus elle met de temps à s'écouler. Cependant, il n'est pas précisé avec quel type de coupe l'étude est faite, ce qui ne nous permet pas d'avoir un ordre de grandeur en Pa.s. Nous pouvons cependant remarquer que, plus l'encre est visqueuse, plus la quantité d'encre transférée est importante.

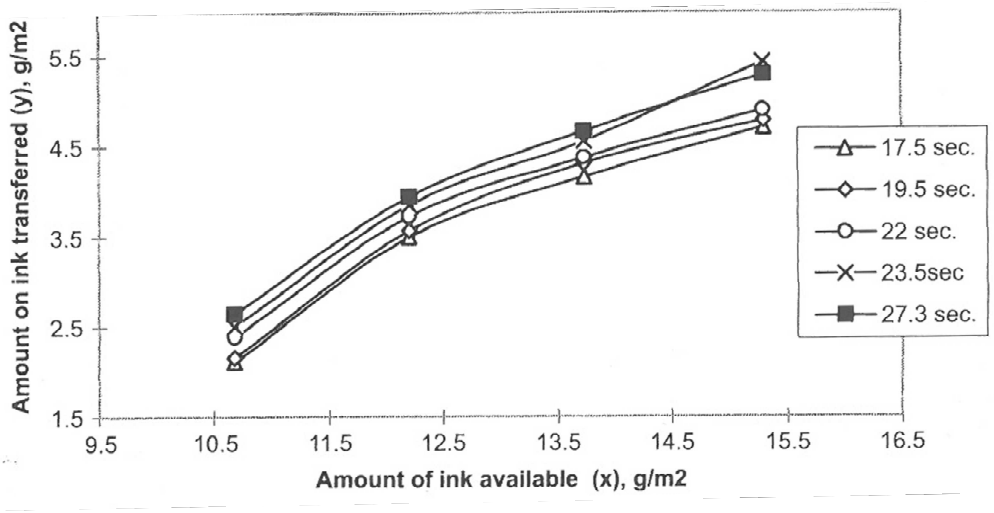


Figure 2-43 - Influence de la viscosité de l'encre (exprimée en temps d'écoulement) sur la quantité d'encre transférée sur le support (Elsayad et al., 2002)

Sankaran et Rothstein (2012) ont également étudié l'influence de la viscosité sur le transfert de l'encre. Grâce à leur appareillage (Figure 2-28), ils ont testé l'influence de la viscosité d'un fluide sur le transfert, avec du polyethylène oxyde (PEO), pour lequel la quantité de solvant a été ajustée afin d'avoir différentes viscosités pour une tension de surface équivalente (de l'ordre de 60 mN/m). Nous observons sur la Figure 2-45, comme avec l'étude d'Elsayad et al. (2002) (cf. Figure 2.43), que la quantité d'encre transférée augmente lorsque la viscosité du fluide augmente.

Nous constatons que la quantité de fluide transférée est ici entre 5 et 25 %, ce qui est nettement inférieur à ce qu'Elsayad et al. (2002) avaient mis en évidence (cf. Figure 2.43). Cependant, la dimension des cellules est de l'ordre du millimètre pour l'étude de Sankaran et Rothstein (2012) et de la dizaine de micromètres pour l'étude d'Elsayad et al. (2012). On peut penser que, plus la cellule est grande, plus il est difficile de transférer la même quantité de fluide que pour des cellules de plus faibles dimensions.

Il est à noter que, dans la bibliographie, nous avons trouvé peu d'études expérimentales sur la seule influence de la tension de surface d'un fluide. On pourra noter cependant les travaux de Chuang et al. (2008) et Lee et al. (2012). Ces derniers ont mis en évidence que, lorsque la tension de surface du fluide transféré augmente, le mécanisme de transfert de l'encre apparaît plus stable, i.e. le pont d'encre reste stable et n'oscille pas de manière aléatoire. Quant à Chuang et al. (2008), ils ont montré que, plus la tension de surface du fluide est importante, plus la quantité d'encre transférée augmente.

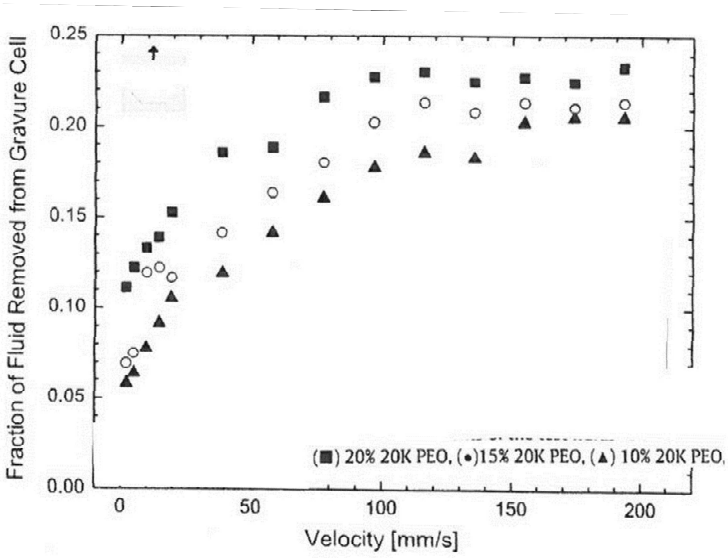


Figure 2-44 - Influence de la viscosité d'un fluide sur la quantité de fluide transférée (Sankaran et Rothstein, 2012)

2.4.2. Les paramètres inhérents au support à imprimer

L'idée première veut que ce soient principalement les interactions entre l'encre et le support qui influent la qualité d'impression. Si pour l'encre les effets seront donnés par la tension de surface et la viscosité, pour le support les principaux éléments qui vont jouer, a priori, sur l'impression, sont la rugosité et la compressibilité (Bristow et Ekman, 1981), en plus de sa nature physico-chimique.

La rugosité permet de caractériser l'état de surface d'un matériau solide. Elle est définie comme l'ensemble des irrégularités d'une surface à caractère micrographique et macrographique. Il est possible de mesurer un indice de rugosité et l'objectif sera, par exemple pour une pièce à usiner, d'avoir un indice de rugosité le plus faible possible. Dans le cas d'un revêtement de sol, c'est également le cas.

On mesure l'indice de rugosité grâce à la rugosité arithmétique R_a (ou écart-moyen arithmétique) : c'est la moyenne arithmétique des valeurs absolues de l'ordonnée y_i des points de la surface.

$$R_a = \int_0^L |y(x)| dx \qquad (11)$$

où L est la longueur d'évaluation : c'est la longueur de l'échantillon de profil utilisée pour déterminer les paramètres liés à l'état de surface.

Notons que la rugosité dépend évidemment de la longueur d'évaluation. Elle va influencer la qualité d'impression par ses irrégularités de profil de surface. Ces dernières vont en quelques sortes « guider » l'encre lors du dépôt sur le support, ce qui peut laisser à penser que la qualité d'impression peut en être altérée.

Le deuxième élément qui peut, a priori, impacter la qualité d'impression est la compressibilité. En effet, rappelons que le support est sous l'effet de la pression imposée par le cylindre presseur. Si ce dernier se déforme, le support compressible va lui aussi se

déformer, se comprimer. Lors de la sortie du contact, le support, à peine imprimé, va reprendre ses dimensions initiales, et cela peut impacter la qualité d'impression.
Malheureusement, dans la bibliographie, nous n'avons pas trouvé de publication sujette à déterminer l'influence que peut avoir la compressibilité d'un support lorsqu'il est soumis à une pression et lorsqu'un fluide se dépose dessus en même temps.

2.4.3. Les interactions encre/support

Les interactions entre l'encre et un support sont caractérisées par l'angle de contact de la première sur le second. Nous nous intéressons ici à l'aspect statique du mouillage, qui se caractérise par un équilibre thermodynamique à l'interface entre le liquide et le solide (Darque-Ceretti et Felder, 2003). Il y a deux types de mouillage :

- Mouillage partiel (Fig. 2-45 a, b) : l'angle φ est fini ;
- Mouillage complet (Fig. 2-45 c) : l'angle φ est égal à 0.

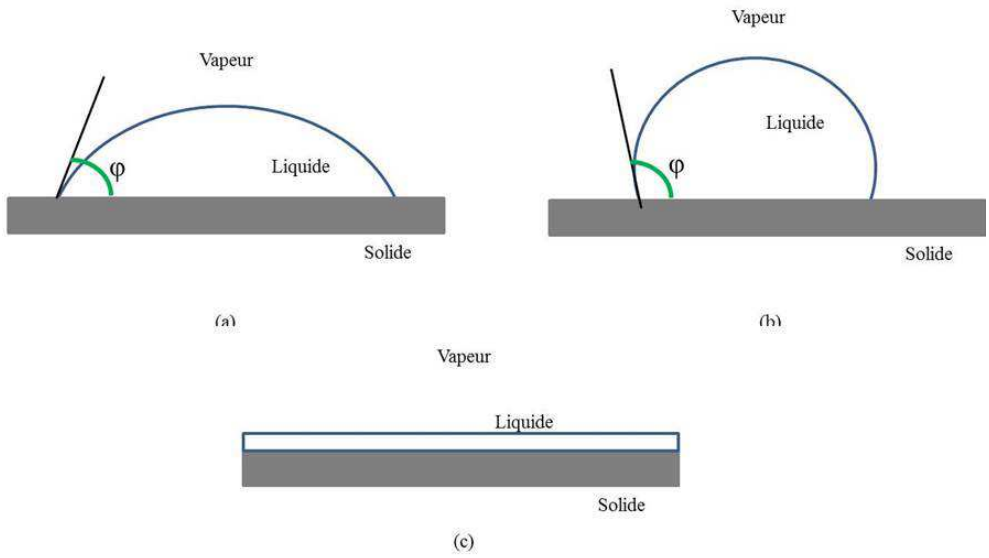


Figure 2-45 – Représentation des interactions possibles entre un liquide et un solide

Sur la Figure 2-45 a et b, la délimitation de la partie mouillée est la ligne de contact (ou ligne triple) qui, vu de dessus, est un cercle. Cette ligne est en contact avec les trois phases (vapeur, solide et liquide).

<u>Loi de Young-Dupré</u>
Les tensions associées aux interfaces (solide/liquide, solide/vapeur, liquide/vapeur) s'équilibrent lorsque la ligne de contact est immobile. La projection de la somme vectorielle des tensions dans le plan du solide constitue la loi de Young-Dupré :

$$cos\varphi = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \qquad (12)$$

avec :

- γ_{SV} : tension superficielle de l'interface solide/vapeur
- γ_{SL} : tension superficielle de l'interface solide/liquide
- γ_{LV} : tension superficielle de l'interface liquide/vapeur

- φ : angle de contact

Dans la bibliographie, de nombreuses études, principalement numériques, ont été menées pour déterminer l'influence de l'angle de contact entre un liquide et un support sur le transfert d'un fluide d'une cellule vers un support. Parmi ces études, nous pouvons citer notamment Huang et al. (2008) et Lee et Yang (2010). Les travaux de Lee et Yang (2010) montrent notamment que, lorsque l'angle de contact entre le fluide et le support à imprimer augmente, la quantité de fluide transférée diminue (les interactions encre/support sont faibles). Quant à Huang et al. (2008), ils ont mis en évidence que l'angle de contact entre le fluide et la surface recouvrant la cellule n'a pas d'influence sur la quantité de fluide transférée.

Amélioration de la mouillabilité : le traitement corona

L'interaction entre un liquide et un support peut être modifiée par un traitement de surface sur le support. Le traitement corona est souvent utilisé en entreprise afin de favoriser, lorsque cela est nécessaire, l'étalement d'une encre sur un support. Ce traitement permet, entre autre, l'oxydation de la surface du support par l'action d'une décharge électrique et donc ainsi permettre d'augmenter les interactions support/encre. Cette décharge permet d'éliminer aussi les molécules en surface qui peuvent diminuer la mouillabilité du matériau (Fig. 2-46).

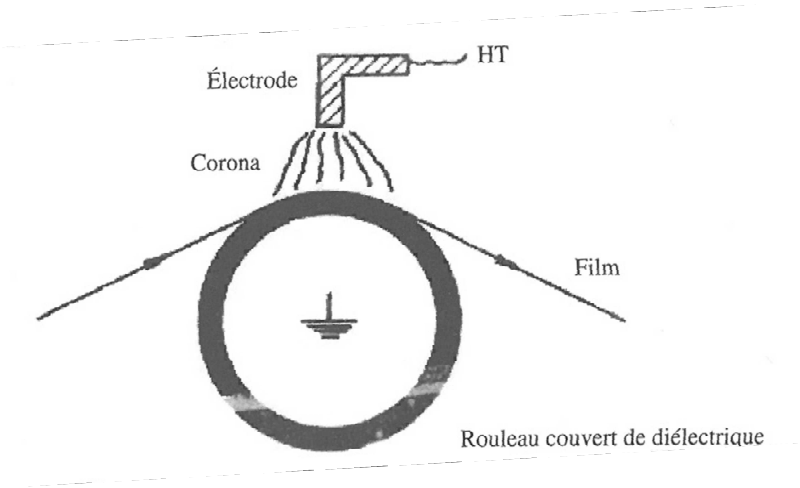


Figure 2-46 – Principe du traitement corona

Le traitement ne dure qu'entre 10^{-2} et 10^{-1} seconde, ce qui est assez court pour ne pas altérer les propriétés mécaniques du support.

L'effet du traitement dans le temps n'est pas constant sur certains supports, la mouillabilité redevenant égale à celle avant traitement au bout de quelques jours, voire heures. Ainsi, si l'on doit imprimer sur un support traité, l'impression doit être faite rapidement après le traitement.

2.5. Bilan du chapitre 2

Le présent chapitre a permis de mettre en évidence l'ensemble des paramètres qui peuvent influencer l'imprimabilité d'un support.

Nous notons dans un premier temps qu'il n'y a pas, dans la bibliographie, de nombreuses publications sur le procédé d'héliogravure lui-même. Nous allons retrouver le plus souvent des publications dont le domaine d'application est d'abord l'enduction, ou encore l'impression sur circuit imprimé, c'est-à-dire à des échelles encore plus petites que sur le procédé d'héliogravure. Sur les procédés d'impression « standard », nous allons retrouver des publications sur le procédé offset notamment et quelques-unes sur l'héliogravure.

Nous observons qu'il y a de nombreux paramètres qui peuvent potentiellement influencer l'imprimabilité et de ce fait la qualité d'impression. Nous avons dans un premier temps les paramètres liés au procédé lui-même :

- La vitesse d'impression : paramètre capital dans l'impression, sa valeur influe sur la quantité transférée ainsi que sur l'étalement du fluide sur le support. Il semble d'après la bibliographie que la distribution de l'encre sur le support est largement influencée par la vitesse, qui doit être la plus élevée possible ;
- La pression du contre-cylindre : assurant le contact entre le support et le cylindre encreur, sa valeur impacte la surface de contact et donc la quantité d'encre transférée et son étalement sur le support. D'après la bibliographie, si elle est importante, la quantité d'encre transférée diminue ;
- L'angle de raclage : paramètre légèrement moins important, sa valeur influe sur l'intensité générale de l'impression. Il faut s'assurer que l'angle de raclage ne soit pas trop faible pour ne pas risquer de décoller la racle du cylindre encreur, ni trop élevée pour ne pas créer des instabilités dues à la vitesse du cylindre encreur ;
- La température de séchage : paramètre qui influence directement l'évaporation du solvant de l'encre et l'adhésion des pigments sur le support à imprimer ;
- La dimension des cellules : paramètre qui influe directement sur la distribution de l'encre sur le support. Si les cellules sont trop proches, l'encre déposée sur le support peut coalescer avec l'encre déposée par la cellule voisine. La dimension des cellules va également jouer sur la teinte de la couleur, son intensité.

Dans un second temps, nous notons les paramètres inhérents aux encres, aux supports à imprimer, ainsi qu'aux interactions entre encre et support :

- La viscosité de l'encre et sa tension de surface : ce sont les deux paramètres essentiels des encres qui ressortent de la bibliographie. Leur influence se ressent sur la quantité d'encre transférée et sur l'étalement de l'encre. Ces deux paramètres semblent cruciaux pour la suite de notre étude.
- La tension de surface de l'encre implique l'influence de deux angles de contact : celui de l'encre avec le support à imprimer et celui de l'encre avec le matériau recouvrant le cylindre encreur. Dans le cas de notre étude, le cylindre encreur est recouvert d'une fine couche de chrome. Cependant, la bibliographie met en évidence l'influence très limitée de ce dernier sur le transfert de l'encre vers le support ;
- Deux paramètres supports peuvent également ressortir : la rugosité de surface, qui peut influer la distribution de l'encre sur le support, et la compressibilité du support.

Ces éléments ne sont finalement que des indications et, même si les influences décrites peuvent tout à fait s'appliquer au procédé d'héliogravure, nous devons effectuer des essais d'impression en analysant le plus de paramètres possible afin de déterminer leur influence sur la qualité d'impression avec des supports PVC (on fixera ainsi la physicochimie de surface des supports utilisés).

3. Matériaux et dispositifs expérimentaux

This chapter presents all the methods and materials used in this study. We first present the pilot rotogravure process used for the printing trials. Also we introduce all the methods used to characterize the materials properties (SEM, XPS, Rheometer, Goniometer) and the method used to quantify the printing quality: confocal rugosimeter. Finally, we present all the materials used and their characterizations.

3.1. Les dispositifs expérimentaux 53
3.1.1. Essais d'impression 53
3.1.2. Caractérisation des matériaux 56
3.1.3. Quantification de la qualité d'impression 63
3.2. Les matériaux utilisés pour l'étude 72
3.2.1. Les supports 72
3.2.2. Les encres 76
3.2.3. Les interactions encre/support 94
3.3. Bilan du chapitre 3 96

3.1. Les dispositifs expérimentaux

Ce paragraphe présente l'ensemble des techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude. Nous présenterons successivement les procédés industriel et pilote permettant l'impression, puis l'ensemble des techniques permettant l'observation et l'analyse des matériaux.

3.1.1. Essais d'impression

3.1.1.1. Procédé en production

En production, le procédé d'impression consiste en l'association de parties basiques (Fig. 3-1) :

- L'approvisionnement en encre (pompe, réservoir, racle)
- L'association cylindre encreur / support / cylindre presseur
- Le séchage du support imprimé et le cylindre de refroidissement

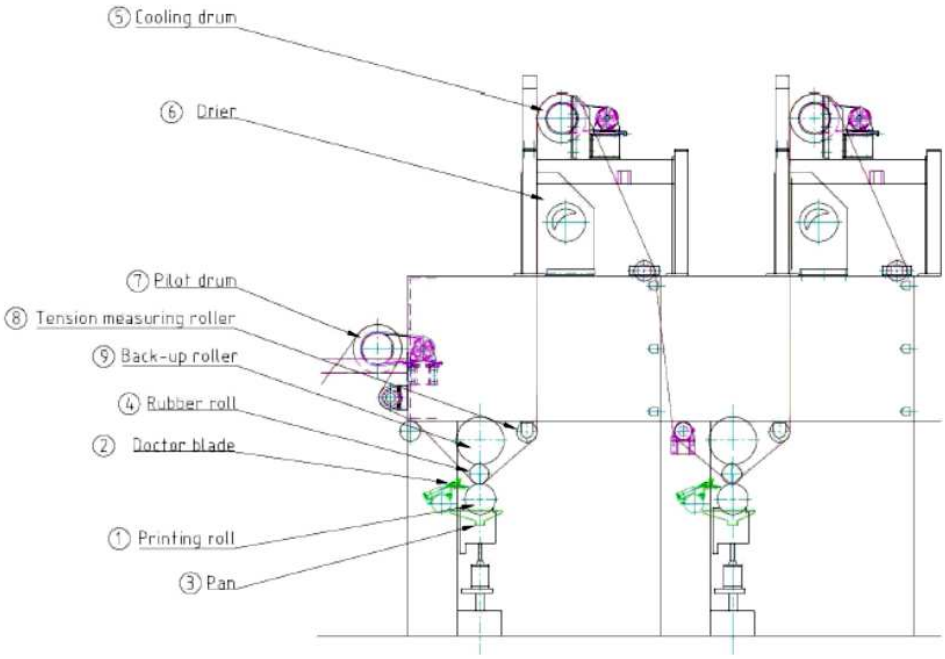


Figure 3-1 - Mise en série de deux têtes d'impression (Document interne Tarkett)

<u>Approvisionnement en encre (3)</u>

Le réservoir d'encre est en téflon et alimente directement le cylindre encreur. Le système de racle peut être double ou simple, comme expliqué dans la bibliographie. Le désavantage d'une double racle est qu'il y a un risque de séchage de l'encre entre les deux racles, ce qui peut créer un agrégat d'encre solide. Si cet agrégat arrive à passer sous la deuxième racle (en plastique), cela impliquerait un défaut majeur sur le produit imprimé.

<u>Les cylindres encreurs (1)</u>

Les cylindres utilisés en production sont en général en fonte. Le fournisseur de Tarkett dépose une couche de cuivre avant de graver mécaniquement les cellules et de déposer une couche de chrome. Le diamètre des cylindres est de 400 mm, et leur largeur de 2 m, différents types de cellules sont utilisées, comme le montrent les exemples de la Figure 3-2. Dans certains cas,

l'entrefer entre les cellules sera plein mais, dans d'autres, cet entrefer sera un chenal entre les cellules, ce qui offre, a priori, un meilleur transfert de l'encre sur le support.

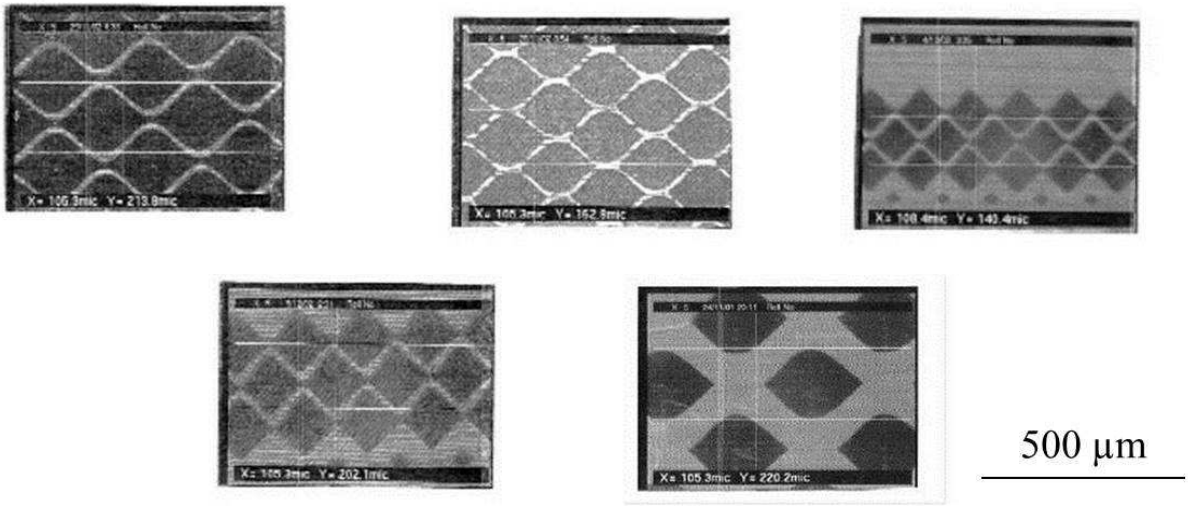


Figure 3-2 - Cinq exemples de formes de cellules sur les cylindres encreurs Tarkett (Document interne Tarkett)

La racle (2)
Généralement, les racles qui sont utilisées sont en acier flexible. La racle doit être flexible. Pour assurer le contact avec le cylindre encreur, on lui applique une force, et une racle rigide présenterait des risques d'instabilité de contact et donc un risque de mauvaise élimination de l'excès d'encre.

Le support
Le support, calandré ou enduit, sera maintenu en tension et cette tension sera contrôlée avant impression (8), entre chaque tête d'impression et une fois l'impression finie.

Le cylindre presseur (4)
Le cylindre presseur est un manchon en acier recouvert d'une couche d'élastomère, le diamètre total étant de 200 mm. La dureté de la couche d'élastomère se situe entre 50 et 70 shore A. Si la dureté est trop faible, la zone de contact entre le support et le cylindre encreur serait trop importante et, si la dureté est trop forte, cela pourrait impliquer un mauvais transfert de l'encre vers le support.
La forme au repos du cylindre presseur est hyperbolique car, la pression étant appliquée sur les bords, cela implique la déflexion du cylindre. Ce bombé est là pour compenser cette déflection.

Séchage et cylindre de refroidissement (en téflon) (6)
Le support imprimé passe, entre chaque tête d'impression, dans un four dont la température est entre 50 et 70°C. Le support passe ensuite sur un cylindre refroidisseur (5), tel que ce support ne soit pas trop chaud lorsqu'il passe dessus, ceci pour éviter le collage.

Après l'impression
Une fois le support imprimé, de nombreuses opérations sont possibles : l'ajout d'une sous-couche, le grainage du support…

3.1.1.2. Procédé pilote

Les essais d'impression nécessaires pour ces travaux ne peuvent pas être effectués sur le procédé en production, pour des questions évidentes de planning et d'adaptation : de nombreux changements de paramètres sont nécessaires pour ces essais et utiliser le procédé en production bloquerait toute la ligne. Ainsi, les essais sont effectués sur un procédé d'impression pilote, aux dimensions réduites (Figs. 3-3 et 3-4) :

- Diamètre du cylindre encreur : 200 mm
- Largeur du cylindre encreur : 700 mm
- Diamètre du cylindre presseur : 100 mm
- Largeur du cylindre presseur : 700 mm

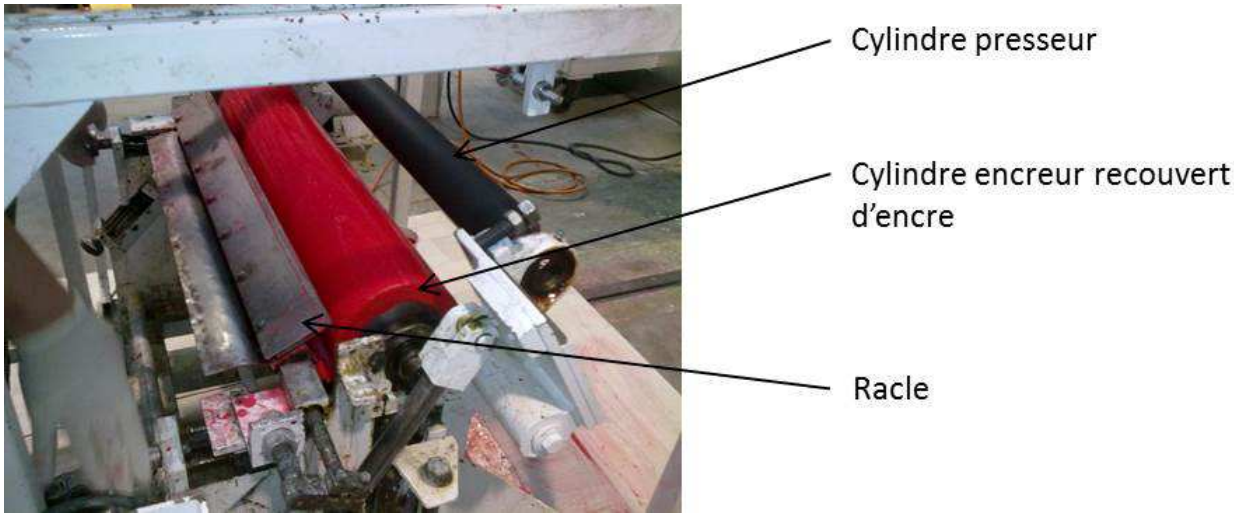


Figure 3-3 - Le procédé pilote Tarkett

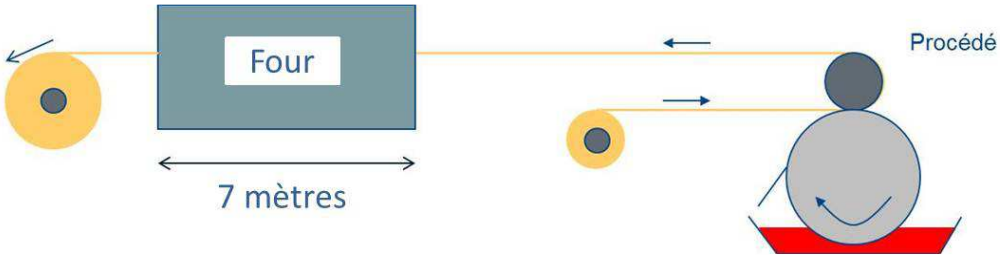


Figure 3-4 - Schéma du procédé d'impression pilote utilisé pour les essais d'impression

Le cylindre encreur utilisé sera recouvert de cellules de la même dimension, même profondeur, et l'entrefer entre les cellules est constant. C'est le cylindre qui sera le plus utilisé, afin d'observer l'influence des paramètres procédé et matériaux (Fig. 3-5).

Pour étudier l'influence des dimensions des cellules, un autre cylindre encreur sera utilisé, avec les mêmes formes de cellules mais des dimensions différentes en largeur et profondeur (Fig. 4-26).

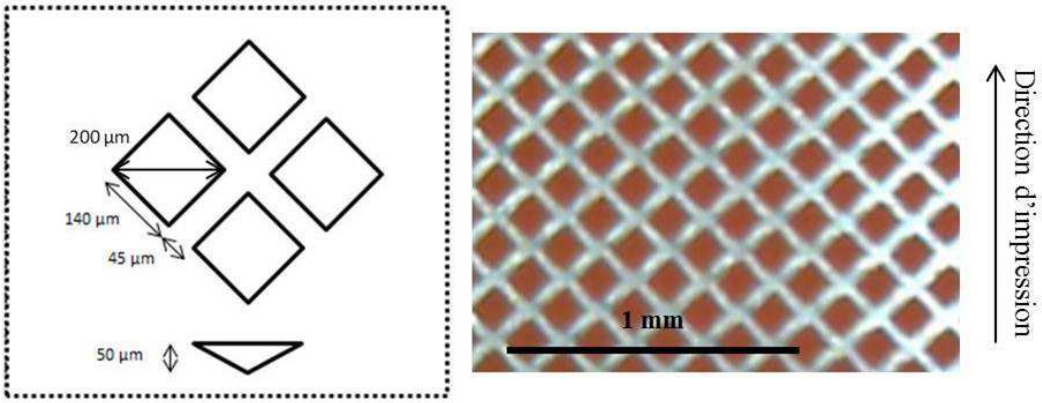


Figure 3-5 - Photographie des cellules sur le cylindre encreur utilisé pour la majorité des essais

3.1.2. Caractérisation des matériaux

En suivant la bibliographie (paragraphe 2.4.1.), il apparaît que la viscosité et la tension de surface sont deux propriétés des encres essentielles en impression. Nous allons donc déterminer les propriétés des encres qui seront utilisées pour les essais d'impression.

3.1.2.1. Observation MEB et analyse EDS

Un MEB (Microscope Electronique à Balayage, en anglais SEM, *Scanning Electron Microscopy*) Supra 40 est utilisé pour faire des photos à très fort grossissement d'échantillons. Il nous servira pour observer les supports enduits et calandrés, imprimés et non-imprimés.

Le MEB est une technique utilisant les interactions électron-matière. Un faisceau d'électrons, dit primaires, envoyés par un « canon à électron » balaie la surface de l'échantillon, ce qui génère en premier lieu des électrons secondaires, de basse énergie. Un électron primaire peut, lors d'un choc, céder une partie de son énergie à un électron qui est peu lié à l'atome bombardé, ce qui implique l'ionisation de l'atome et l'éjection de cet électron. L'électron éjecté est l'électron secondaire. Ces électrons secondaires sont captés par un détecteur d'électrons secondaires. Chaque point analysé implique un signal électrique qui dépend de la topographie de ce point. On peut ainsi obtenir l'image topographique d'un échantillon.

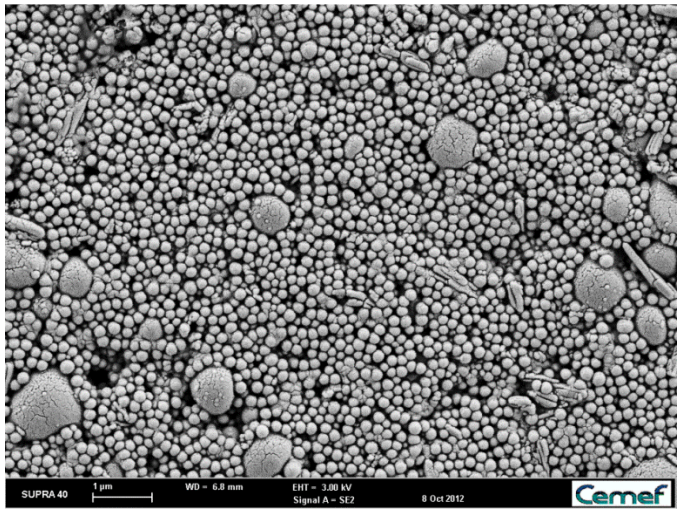


Figure 3-6 – Exemple d'image MEB faite au Supra 40 : encre séchée sur un support métallique

La Figure 3-6 présente un exemple d'image MEB d'un échantillon d'encre séché déposé sur un support métallique. L'encre présentée sur cette image est l'encre référence utilisée pour les essais d'impression.

Par ailleurs, les électrons primaires peuvent créer des rayons X qui seront analysés par énergie dispersive (EDS XL 30). La composition sur une épaisseur de l'ordre de quelques micromètres sera obtenue (effet photoélectrique). Un exemple est présenté sur la Figure 3-7 correspondant à l'image de la Figure 3-6.

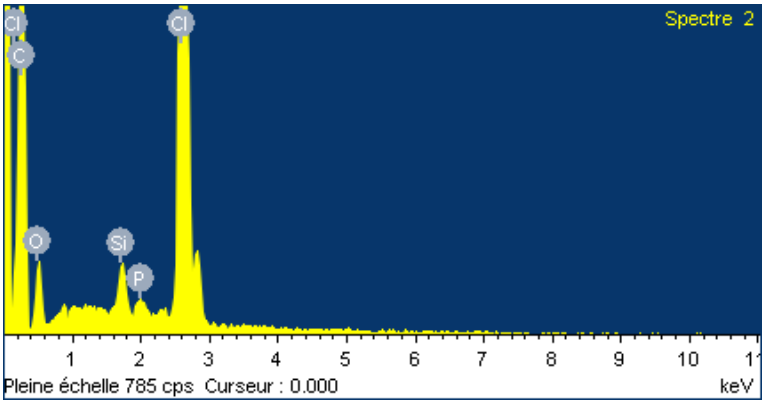


Figure 3-7 – Exemple de spectre de composition

3.1.2.2. Observation par microscopie optique Keyence

Afin d'avoir un catalogue d'images des essais d'impressions effectués, nous avons utilisé le Keyence VHX-2000, qui est un microscope optique en réflexion qui offre une bonne résolution.

La Figure 3-8 présente un exemple d'image obtenue avec le Keyence VHX-2000. Des images de chaque échantillon ont été prises à l'usine pilote de Tarkett.

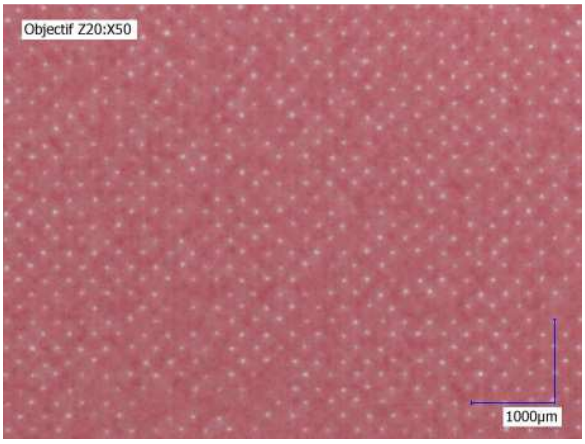


Figure 3-8 - Exemple d'image d'un échantillon obtenue au Keyence VHX-2000

3.1.2.3. Analyse de surface : la technique de l'XPS

L'XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) Thermofischer K-Alpha est utilisé pour l'analyse de surface des supports.

L'XPS est une technique permettant d'analyser la physicochimie de l'extrême surface d'un matériau. Il est possible de mesurer la composition de surface et l'état chimique des éléments. Les spectres XPS sont obtenus par irradiation d'une surface solide avec un faisceau de rayons monochromes X, ce qui provoque l'ionisation des atomes (effet photélectrique). L'énergie cinétique E_C des électrons qui sont éjectés sur les premiers 1-10 nm du matériau analysé (Fig. 3-9) est mesurée, ce qui donne le spectre de l'intensité des électrons en fonction de l'énergie cinétique et donc en fonction de leur énergie de liaison.

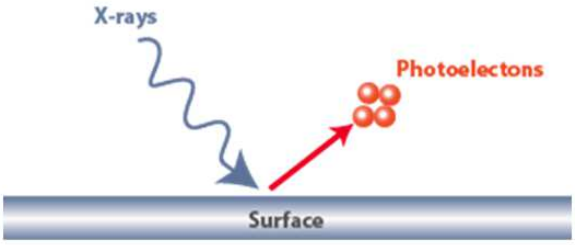


Figure 3-9 – Principe de l'analyse XPS (image ThermoFischer)

La Figure 3-10 propose un exemple de spectre pour le PVC $(CHCl\text{-}CH_2)_n$. Chaque pic correspond à un atome spécifique et à son environnement chimique avant éjection.

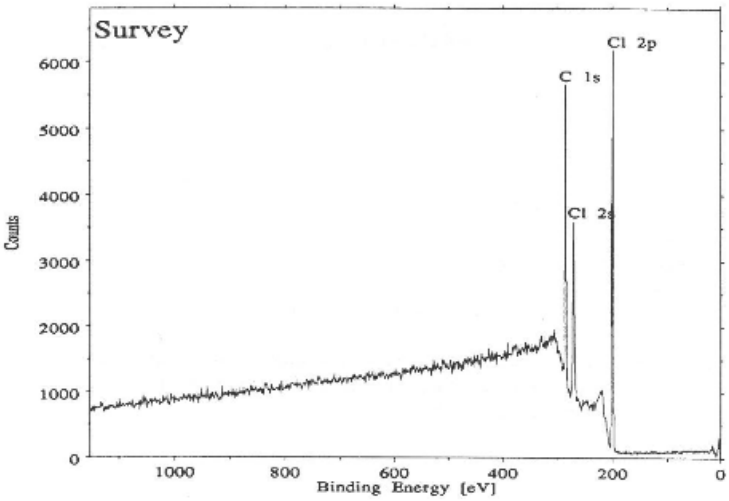


Figure 3-10 - Spectre de l'intensité des électrons en fonction de l'énergie mesurée pour le PVC (Moulder et al., 1992)

3.1.2.4. Rhéométrie avec cellule de Couette

Pour caractériser le comportement rhéologique des encres, nous avons décidé d'utiliser un système à cylindres coaxiaux : le dispositif de Couette. En effet, nous aurions pu utiliser un dispositif cône-plan ou plan-plan, mais les encres que l'on utilise étant très « fluides », il y aurait eu un risque élevé de perte de matière entre les plans ou entre le plan et le cône, surtout en régime continu.

i. Description

Pour notre étude, nous avons utilisé un rhéomètre où l'on peut imposer la contrainte ou bien la déformation. Le dispositif, dit de « Couette », est présenté Figure 3-11.

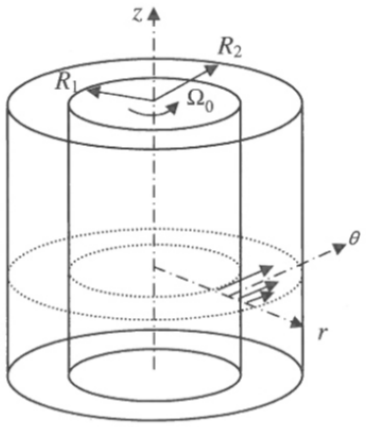


Figure 3-11 – Dispositif de Couette (Agassant et al., 2014)

Dans un tel dispositif, le fluide est placé dans l'entrefer de deux cylindres coaxiaux de rayons R_{int} et R_{ext}, avec $R_{int} < R_{ext}$, et de hauteur h. Le cylindre intérieur est mobile, ce qui peut amener à une instabilité de Taylor-Couette (apparition de tourbillons dans un écoulement entre deux cylindres concentriques ne tournant pas à la même vitesse).
En appliquant les principes de la mécanique des milieux continus, nous pouvons déterminer, en régime continu (Agassant et al., 2014) :

- La contrainte de cisaillement :

$$\tau = \frac{M}{2\pi h r^2} \qquad (13)$$

où M est le moment du couple appliqué au cylindre intérieur et r est le rayon du point considéré : $R_{int} < r < R_{ext}$.

- Le taux de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dr} - \frac{v}{r} \qquad (14)$$

où v est la vitesse tangentielle du point considéré dans l'entrefer.

ii. Régime dynamique

On a la possibilité de choisir entre le régime continu ou bien le régime dynamique, pour étudier la rhéologie d'un fluide. En régime dynamique, on impose au matériau une déformation (ou contrainte) sinusoïdale et l'on obtient une contrainte (ou déformation), qui est aussi sinusoïdale et de même fréquence. On pose :

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cos(\omega t) \qquad (15)$$

et

$$\tau(t) = \tau_0 \cos(\omega t + \delta) \qquad (16)$$

où $\gamma_0$et τ_0 sont les amplitude de déformation et de contrainte, ω la pulsation et δ le déphasage entre la déformation et la contrainte.

En prenant une notation complexe, nous avons :

$$\bar{\gamma}(t) = \gamma_0 \exp(i\omega t) \qquad (17)$$

et

$$\bar{\tau}(t) = \tau_0 \exp[i(\omega t + \delta)] \qquad (18)$$

Le contrainte peut s'exprimer en fonction de la déformation est :

$$\bar{\tau} = G^* \bar{\gamma} = (G' + iG'')\bar{\gamma} \qquad (19)$$

où G^* est le module de rigidité complexe, *G'* est le module de conservation et *G''* est le module de perte. *G'* caractérise la réponse élastique, tandis que *G''* caractérise la réponse visqueuse.

La viscosité complexe est définie par :

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' \qquad (20)$$

avec $\eta' = \frac{G''}{\omega}$ et $\eta'' = \frac{G'}{\omega}$. Nous obtenons le module de la viscosité complexe par :

$$\eta^* = \sqrt{\left(\frac{G'}{\omega}\right)^2 + \left(\frac{G''}{\omega}\right)^2} \qquad (21)$$

iii. Le dispositif utilisé pour l'étude

Pour étudier le comportement des encres, nous utilisons un rhéomètre Anton-Paar (Physica MCR 302). Les deux cylindres sont présentés Figure 3-12. Ils ont des diamètres respectifs de 28,91 et 26,66 mm.

Figure 3-12 – Les cylindres coaxiaux du rhéomètre Anton-Paar Physica MCR 302

3.1.2.5. Angle de contact, tension de surface d'un liquide, énergie de surface d'un solide

i. Angle de contact liquide/solide

La deuxième mesure que l'on effectue avec le goniomètre de mouillage est l'angle de contact statique entre un liquide et un solide (Fig. 3-13).

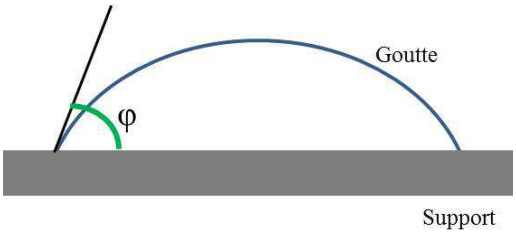


Figure 3-13 - Angle de contact entre la goutte et le support mesuré par l'appareil

Le logiciel mesure l'angle entre la ligne de base (correspondant à la surface du support) et la tangente à la goutte. Cette mesure est faite à droite et à gauche de la goutte : la valeur peut être différente si le support présente une rugosité. Dans notre cas, les résultats seront sensiblement les mêmes.

ii. Tension de surface d'un liquide

Technique de la goutte pendante pour mesurer la tension de surface d'un liquide (Fig. 3-14) :
C'est la technique la plus utilisée dans la mesure de tensions de surfaces, car elle présente plusieurs avantages : on peut l'appliquer à des interfaces air/liquide et à des interfaces liquide/liquide, et cette méthode est non destructive. Le principe de cette mesure est basé sur l'analyse de la forme d'une goutte pendante, en équilibre entre gravité et capillarité.

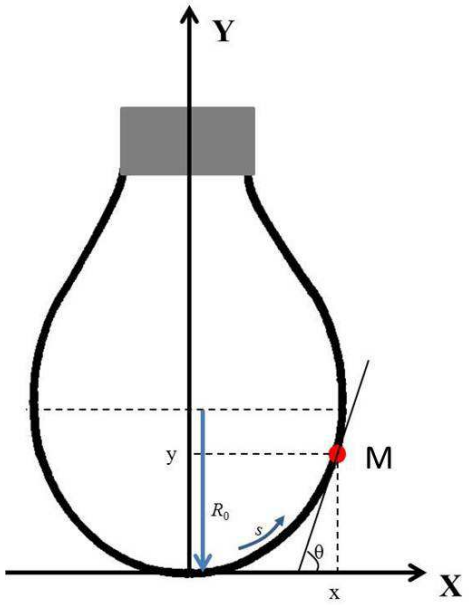


Figure 3-14 - Forme d'une goutte pendante

La force de gravité agissant sur la goutte et dépendant de sa hauteur compense la pression dite de Laplace, qui est donnée par la courbure de la goutte en un point M :

$$\Delta p = \gamma_{VL}\left(\frac{1}{R_{g1}} + \frac{1}{R_{g2}}\right) \qquad (22)$$

avec R_{g1} et R_{g2} : rayons de courbure principaux du point M de coordonnées (x,y).
Cette équation décrit la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur de la goutte.
Ecrivons maintenant l'équilibre hydrodynamique de la goutte :

$$\Delta p_0 - \Delta p_M = y\Delta\rho g \qquad (23)$$

avec :

- Δp_0 : différence de pression au sommet (point O) ;
- Δp_M : différence de pression en M (x,y) ;
- $\Delta\rho$: valeur absolue de la différence entre la masse volumique de la goutte et la masse volumique à l'extérieur de la goutte ;
- g : accélération de la pesanteur.

Les expressions de Δp_0 et Δp_M sont, d'après la relation (22) :

$$\Delta p_0 = \gamma_{VL}\left(\frac{1}{R_{g01}} + \frac{1}{R_{g02}}\right) \qquad (24)$$

$$\Delta p_M = \gamma_{VL}\left(\frac{1}{R_{g1}} + \frac{1}{R_{g2}}\right) \qquad (25)$$

Due à la symétrie axiale de la goutte, les courbures principales au sommet sont les mêmes, ainsi $R_{g01} = R_{g02} = R_{g0}$. Notons s l'abscisse curviligne à partir de O et θ l'angle entre l'axe X et

la tangente à la goutte en $M(x, y)$ (Figure 3-14). D'après les principes de la géométrie différentielle, nous avons, pour le point M :

$$\frac{1}{R_{g1}} = \frac{d\theta}{ds} = \left(\frac{d^2y}{dx^2}\right)\left(1 + \left(\frac{dy}{dx}\right)^2\right)^{-\frac{3}{2}} \qquad (26)$$

$$\frac{1}{R_{g1}} = \frac{sin\theta}{x} = \left(\frac{dy}{dx}\right)\left(\frac{1}{x}\right)\left(1 + \left(\frac{dy}{dx}\right)^2\right)^{-\frac{1}{2}} \qquad (27)$$

En utilisant les relations (23) à (28), on obtient :

$$\frac{d\theta}{ds} = \frac{2}{R_{g0}} - \frac{y\Delta\rho g}{\gamma_{VL}} - \frac{sin\theta}{x} \qquad (28)$$

La relation (29) décrit alors le profil de la goutte pendante dans son équilibre hydrodynamique. Ensuite, cette équation est adimensionnée afin de la résoudre.

iii. Interactions support/liquide

Il est d'usage, pour caractériser les interactions entre un solide et un liquide, de mesurer une énergie de surface du solide (qui est l'analogue de la tension de surface d'un liquide). Il existe, dans la bibliographie, de nombreuses méthodes pour déterminer une énergie de surface d'un solide à partir de la mesure de l'angle de contact statique avec divers liquides. Nous pouvons noter les modèles de Zisman (1964), de Fowkes (1964, 1990), d'Owens-Wendt (1969) ou encore de Wu (1982), qui prennent en considération une décomposition de l'énergie de surface en une partie disperse et non-disperse (ou polaire). Cependant, les hypothèses d'application sont très fortes dans ces modèles alors que, dans notre étude, seules les interactions liquide/PVC nous importent.

Pour notre étude, nous allons nous focaliser uniquement sur le travail d'adhésion entre nos encres et les supports. Le travail d'adhésion est défini par :

$$W_{liquide/support} = \gamma_{VL}(1 + \cos\varphi) \qquad (29)$$

Ainsi, un faible angle de contact impliquera un travail d'adhésion important et donc de fortes interactions.

iv. Le goniomètre de mouillage

Le goniomètre de mouillage Kruss DSA100 permet de mesurer des tensions de surface de liquide, des énergies de surface de solides, ainsi que des angles de contact entre liquide et solide. La goutte à analyser (de l'ordre du µL) est illuminée d'un côté et une caméra est placée de l'autre côté, afin d'avoir une visualisation parfaite.

3.1.3. Quantification de la qualité d'impression

Sur le procédé industriel, la qualité d'impression est définie par l'œil des experts de Tarkett. Dans notre étude, il faut pouvoir quantifier celle-ci par des chiffres et nous avons choisi d'utiliser un système de rugosimétrie confocale chromatique. Cette méthode de mesure présente l'avantage d'apporter un aspect quantitatif à la notion de « qualité d'impression ». Il

sera ainsi possible de comparer quantitativement l'influence des différents paramètres (procédé et matériaux).

3.1.3.1. Description de l'appareil

La machine utilisée pour les mesures de l'état de surface est la station Micromesure de STIL® (Fig. 3-15) : c'est une station modulaire dédiée à la microtopographie 3D haute résolution ainsi qu'à l'analyse des formes et des textures. Elle permet de mesurer des profils ou des surfaces d'objet. De plus, les dynamiques de mesure, allant de 20 µm à 10 mm permettent différentes échelles d'analyse.

La Figure 3-15 présente le dispositif. On y retrouve les principaux éléments suivants :

- Un capteur CCS (Chromatic Confocal Sensor) comprenant un boitier électronique et un outil de mesure sans contact (crayon optique) relié au boitier par une fibre optique ;
- Un support de crayon optique ;
- Une table de translation XY avec 100 mm de course.

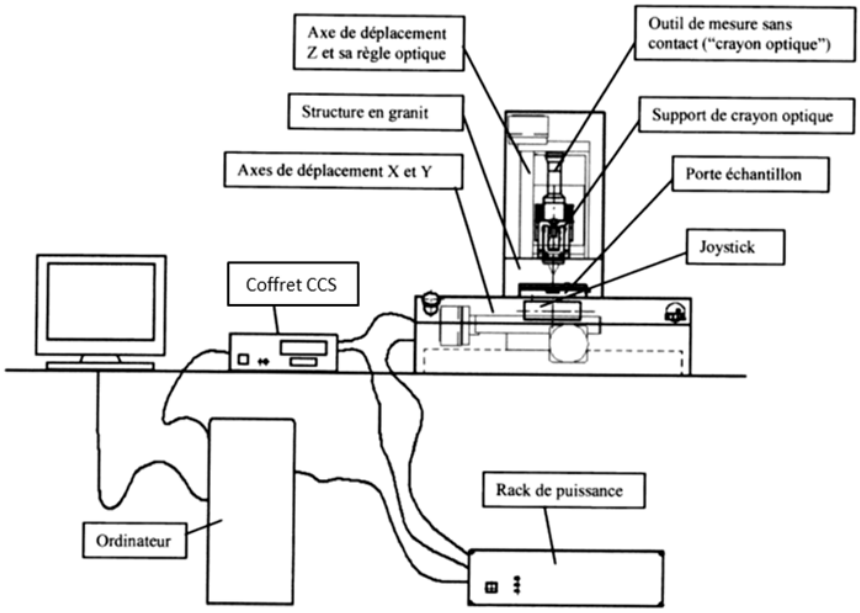


Figure 3-15 - Présentation de la station Micromesure STIL

Le principe de mesure est le suivant (Figure 3-16) :

- Une source lumineuse polychromatique (lumière blanche) traverse une lame séparatrice puis un objectif (L) ;
- Les différentes longueurs d'onde monochromatiques sont réfractées par l'objectif et viennent sur la surface à analyser ;
- L'onde correspondant au point focal de l'objectif sur la surface est ensuite réfléchie par la lame séparatrice vers le spectromètre (S) via un trou de filetage (seule la longueur d'onde correspondant au point focal de l'objectif passe) ;
- Les données en intensité et en altitude sont collectées pour chaque pas défini au préalable.

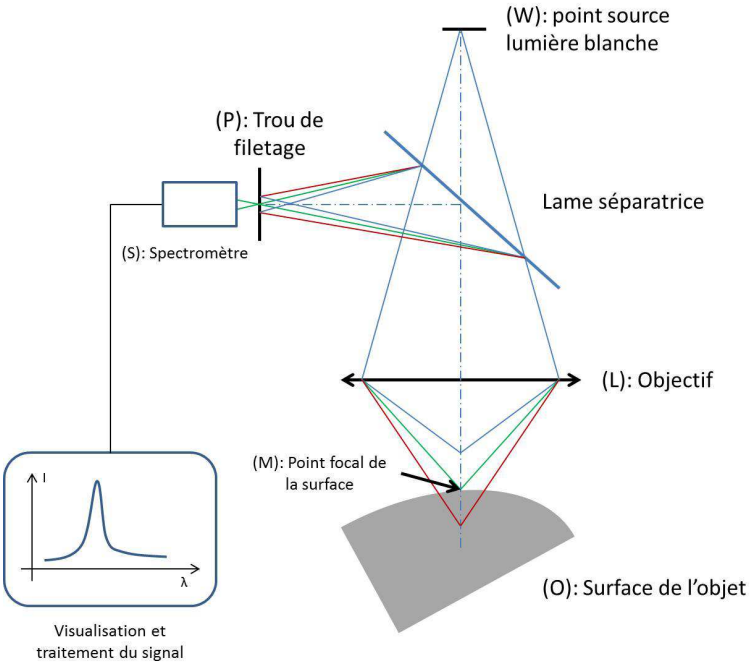


Figure 3-16 - Schéma de principe de l'acquisition des données du rugosimètre optique STIL

Pour maîtriser un tel appareil, il est essentiel de gérer trois paramètres :

- <u>L'intensité de la source lumineuse :</u> si l'intensité lumineuse (définie en %) est trop élevée, la réponse sera saturée et la mesure faussée. En revanche, si l'intensité lumineuse est trop faible, la réponse manquera de précision. Il faut donc trouver un compromis.
- <u>Le moyennage</u> (i.e. le nombre de mesure faite par point) : ce paramètre influe directement sur le temps de mesure, qui peut être très élevé, selon également l'aire de la surface analysée.
- <u>Le choix du capteur et du crayon optique :</u> le choix du capteur dépend directement de la planéité de la pièce à mesurer. Chaque capteur (au nombre de 3 pour cette machine) possède une plage maximale de mesure en altitude et il faut que l'altitude de tous les points de mesure sur la surface retenue soit incluse dans cette plage maximale de mesure, sinon nous aurions des réponses saturées. Il ne faut pas non plus que le capteur ait une trop grande plage maximale de mesure par rapport à l'altitude de chaque point de la surface. En effet, cela entraînerait un manque de précision dans la mesure. Avec la machine utilisée, nous avons trois possibilités :

    - Crayon optique avec une plage maximale en altitude de 110 µm et un angle d'inclinaison maximal du support à analyser de 43° ;
    - Crayon optique avec une plage maximale en altitude de 1100 µm et un angle d'inclinaison maximal du support à analyser de 27° ;
    - Crayon optique avec une plage maximale en altitude de 12000 µm et un angle d'inclinaison maximal du support à analyser de 14°.

  L'angle d'inclinaison de nos supports sera toujours inférieur à 14°, ce qui ne dictera pas notre choix. En revanche, il nous arrivera de mesurer des altitudes (avant d'appliquer un système de correction, qui sera présenté dans la suite de cette section)

supérieures à 110 µm, donc nous ne pouvons pas choisir le crayon associé. Si les altitudes mesurées seront toujours inférieures à 1100 µm, nous choisirons préférentiellement le crayon optique ayant une plage maximale de mesure de 1100 µm, car si l'on prenait le plus grand crayon, la précision de nos mesures ne serait pas optimale.

3.1.3.2. Dépouillement des mesures obtenues

Afin d'analyser les résultats obtenus au rugosimètre confocal, nous avons utilisé le logiciel Gwyddion, dont l'interface est présentée Figure 3-17. On y retrouve la commande et un exemple d'observation en altitude.

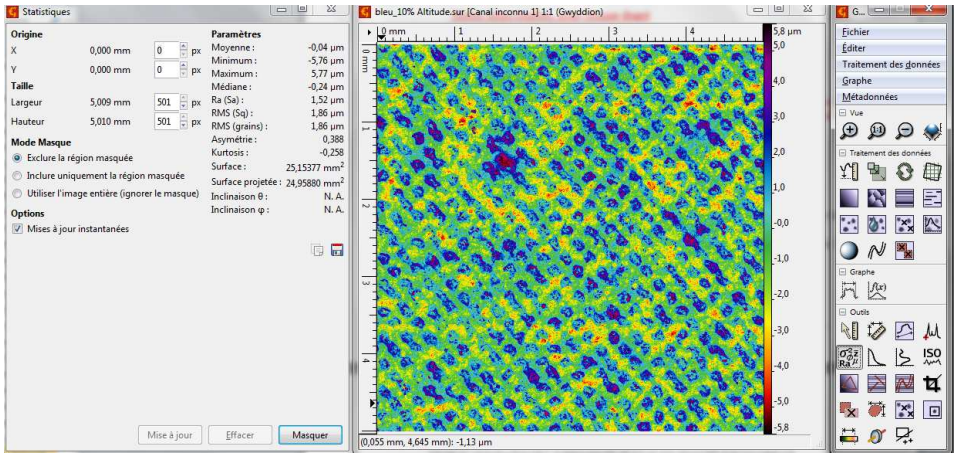


Figure 3-17 – interface du logiciel Gwyddion

On peut analyser les résultats obtenus en altitude et en intensité. Basons nous par exemple sur l'échantillon présenté Figure 3-18.

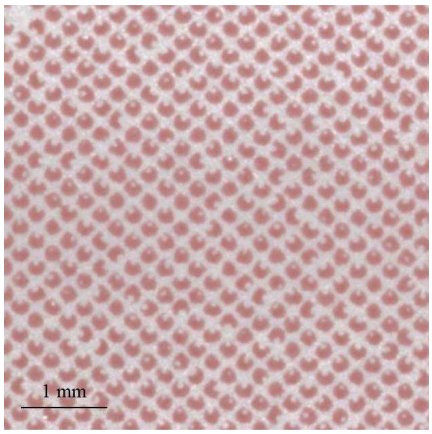


Figure 3-18 - Echantillon imprimé analysé

Les paramètres d'analyse de cet échantillon sont les suivants :

- Surface analysée : 5 x 5 mm ;
- Pas utilisé : 5 µm

Ainsi, le nombre de pixels étudié est de 10^6. Il est possible d'effectuer des mesures avec un pas plus petit et/ou des dimensions d'échantillon plus importantes, mais le résultat serait le même, tandis que le temps de calcul serait quant à lui beaucoup plus important !

Les données en altitude

Méthode : lorsque l'on dispose l'échantillon sur le porte-échantillon, il doit être le plus plat possible, afin de ne pas altérer la mesure en altitude. Cependant, le niveau n'est que rarement parfait et il est nécessaire d'effectuer des corrections de profil afin de retrouver le profil correct de la surface. Considérons la représentation en altitude d'un échantillon (nous proposons pour cet exemple un échantillon imprimé avec une qualité « presque point par point »), présenté Figure 3-19.

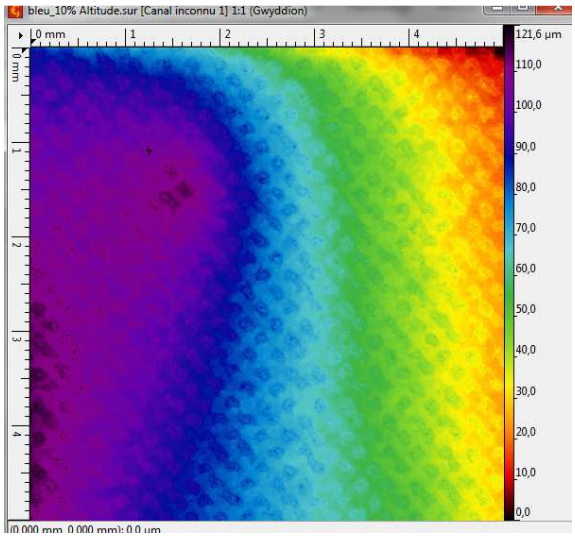


Figure 3.19 – Représentation en altitude de la surface d'un échantillon avant correction

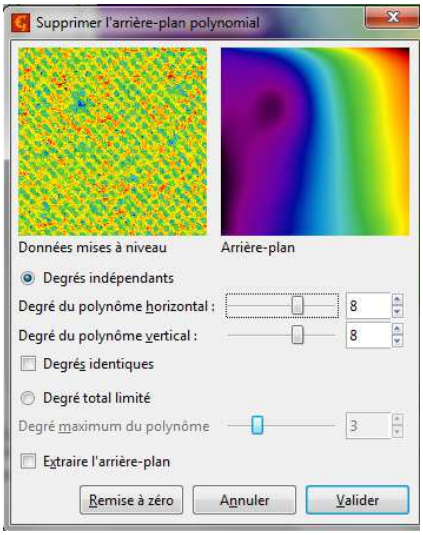


Figure 3.20 - Interface pour corriger l'inclinaison du plan moyen

Nous observons que le plan moyen n'est pas horizontal, avec une variation d'altitude de 121,6 µm, ce qui est aberrant au regard du film considéré, dont les variations de profil sont en général de l'ordre de 10 µm. Gwyddion nous permet, par l'utilisation d'arrière-plans polynomiaux (polynômes dont on choisit le degré, en x et en y), de corriger la position du plan moyen (Fig. 3-20).

Le choix des degrés (en x et en y) des arrière-plans polynomiaux dépend de la valeur de Ra après l'application de la correction. En premier lieu, on modifie le degré de l'arrière-plan horizontal jusqu'à ce que l'on obtienne un indice de rugosité *Ra* stabilisé (Fig 3-21) et, en second lieu, on modifie l'arrière-plan vertical jusqu'à ce qu'à nouveau nous obtenions un *Ra* stable (Fig. 3-22). Lorsque *Ra* est stabilisé, les rugosités macroscopiques sont bien « éliminées ».

Nous notons, dans l'exemple présenté, qu'un polynôme de correction horizontal de degré 3 et un polynôme de correction vertical de degré 5 sont nécessaires.

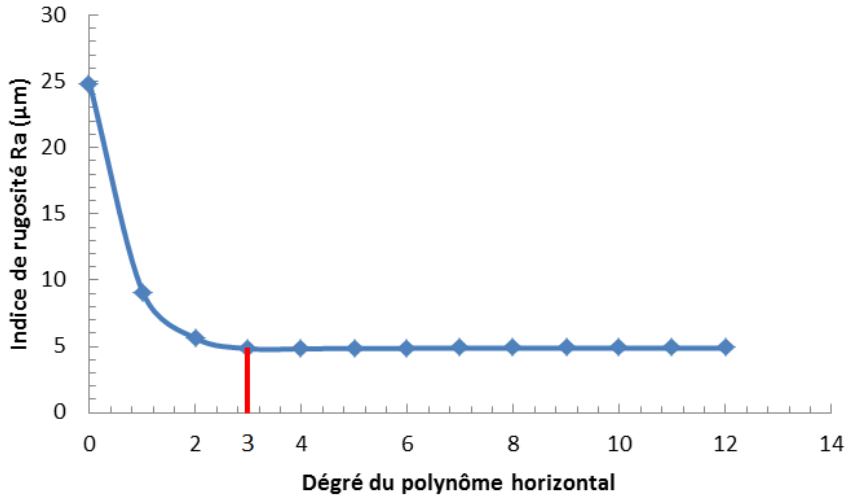


Figure 3-21 - Evolution de Ra en fonction du degré du polynôme de correction horizontal

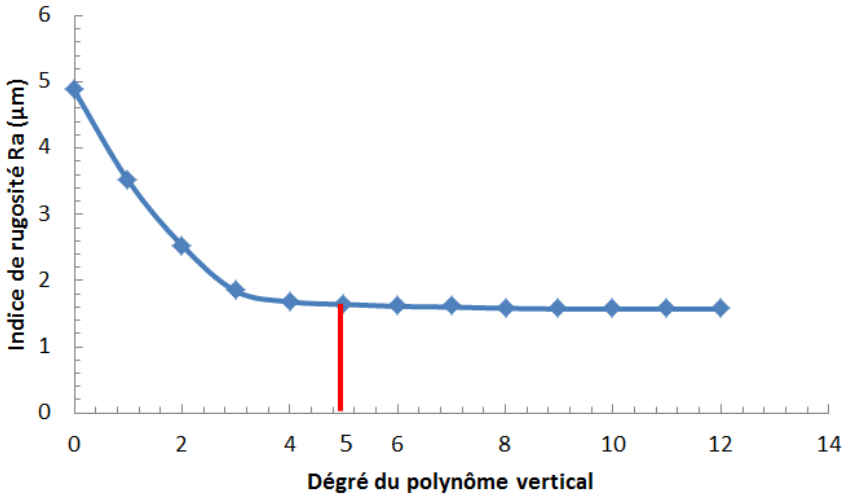


Figure 3-22 - Evolution de Ra en fonction du degré du polynôme de correction vertical (une fois la correction sur le polynôme horizontal terminée)

Nous obtenons au final la représentation présentée Figure 3-23. Nous constatons que la variation d'altitude est ici de 11,5 µm, et non plus de 121,6 µm comme nous avions avant la correction. Par ailleurs, nous discernons bien, dans ce cas, le point par point existant sur l'échantillon imprimé. Cependant, et nous l'évoquerons dans la comparaison entre les mesures en altitude et en intensité, il est important de préciser que nous ne retrouvons que très rarement une bonne représentation visuelle de l'échantillon en altitude. Si nous avons pris pour cet exemple un échantillon pour lequel nous avons une bonne représentation, c'est pour montrer la légitimité de la procédure de correction.

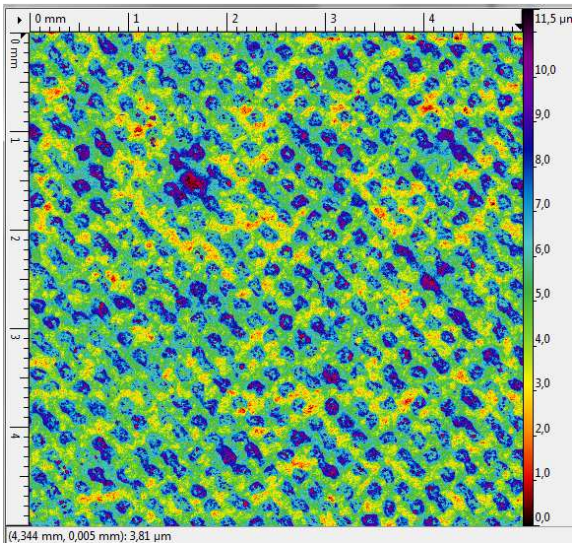


Figure 3-23 - Représentation en altitude de la surface d'un échantillon après correction

<u>Les données en intensité</u>

La Figure 3-24 est la représentation en intensité de l'échantillon imprimé présenté Figure 3-18.

Nous constatons que la représentation en intensité, sans correction, correspond parfaitement avec l'image de l'échantillon imprimé. Notons cependant que la photo n'a pas été prise exactement au même endroit que l'analyse, ce qui peut amener à des différences visuelles. Aucune correction n'est nécessaire dans ce cas, car le degré d'inclinaison du plan moyen du support doit être inférieur à 27° par rapport au plan horizontal (pour le crayon optique que nous avons utilisé), ce qui est toujours le cas dans notre situation.

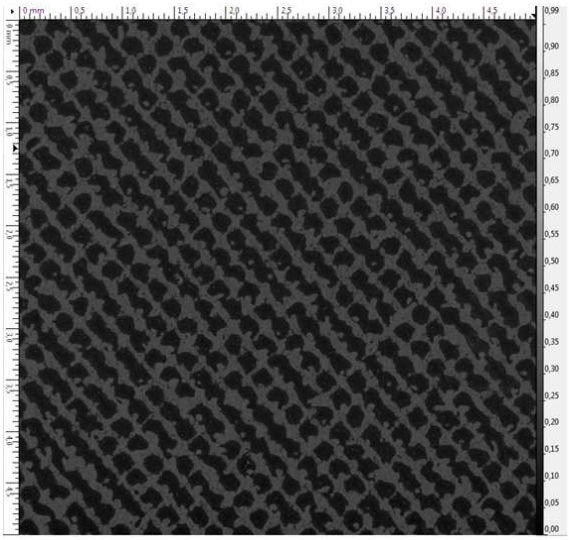


Figure 3-24 - Représentation en intensité de l'échantillon imprimé

Comparaison altitude/intensité

Il semble, à travers l'exemple présenté dans le paragraphe précédent, que les représentations en altitude et en intensité peuvent permettre une quantification de la qualité. En réalité, seule la représentation en intensité nous permettra cette quantification.

En effet, si dans l'exemple précédent la représentation en altitude représente bien l'échantillon, ce n'est pas le cas dans la plupart des supports imprimés. Nous pouvons le voir par exemple sur la Figure 3-25, qui présente une comparaison entre une photographie d'un échantillon imprimé, la représentation en intensité et la représentation en altitude.

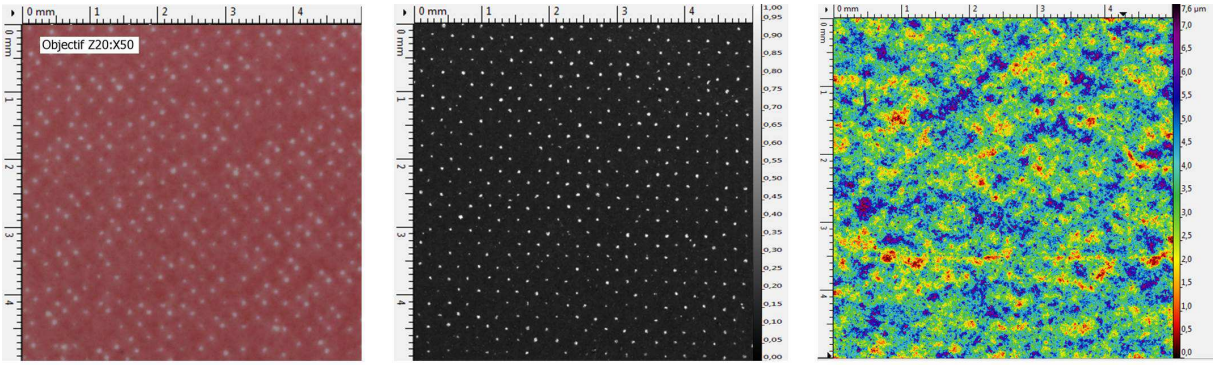


Figure 3-25 - Comparaison (a) d'une photographie d'échantillon imprimé avec (b) sa représentation en intensité et (c) sa représentation en altitude

Nous observons que l'analyse en intensité est, visuellement, semblable à la photographie de l'échantillon, à la différence près que la représentation en intensité est en niveau de gris. La représentation en altitude n'est pas corrélée à l'image et il sera difficile d'en extraire des données intéressantes. Cela est dû au fait que le support non imprimé possède une rugosité initiale. Le dépôt d'encre va certes modifier la rugosité de la surface, mais on ne pourra pas quantifier directement la qualité d'impression. L'encre va se déposer dans les rugosités du support vierge et affecter la rugosité initiale. Ainsi, les mesures en altitude pourraient nous permettre d'étudier l'épaisseur d'encre déposée, mais ne nous permettent pas d'obtenir des éléments sur la qualité d'impression telle qu'elle a été définie.

Ainsi, lors des essais au rugosimètre confocal, nous analyserons préférentiellement les mesures en intensité, même si nous présenterons l'influence des différents paramètres sur la rugosité des supports imprimés.

Les données extraites des mesures en intensité

Pour chaque pixel analysé, le rugosimètre confocal mesure l'intensité de lumière réfléchie (en %). La valeur 0 % correspond au noir et 100 % au blanc. On peut ainsi tracer une distribution, i.e. le nombre de pixels correspondant à chaque valeur d'intensité. Si l'on reprend la Figure 3-25 b, nous obtenons la distribution présentée Figure 3-26.

Le pic correspond à la partie imprimée du film. Or, nous observons, sur la Figure 3-25 b, qu'il y a une partie non imprimée, représentée par les points clairs. Donc nous devrions avoir un second pic à une intensité plus élevée. L'absence de ce pic s'explique par le fait que le

nombre de pixels correspondant à la partie non-imprimée est trop faible pour apparaître sur la courbe.

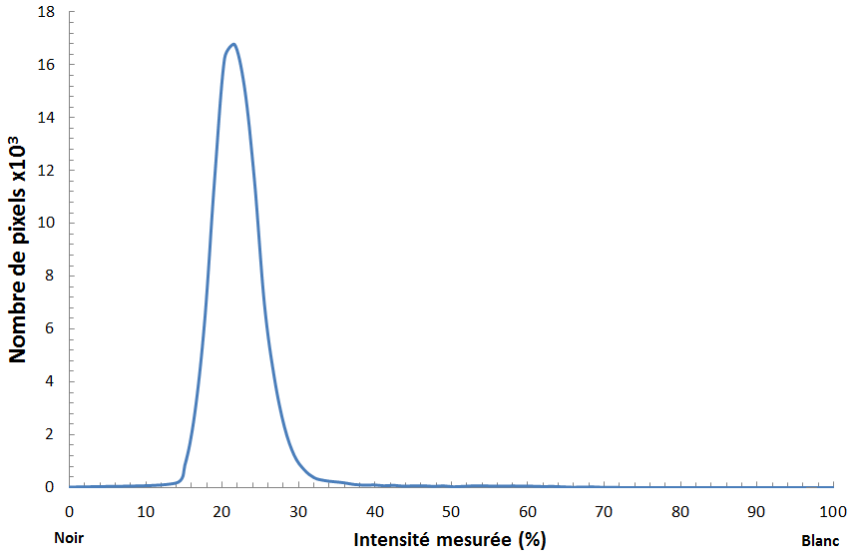


Figure 3-26 - Exemple de distribution en intensité

A partir des courbes de distribution, nous allons déterminer deux valeurs :

- L'intensité moyenne, qui va donner la « couleur » du support imprimé :

$$\bar{I} = \int_0^{100\%} IE(I)dI \qquad (30)$$

- La variance, qui va caractériser l'homogénéité de la couleur :

$$\sigma^2 = \int_0^{100\%} (I - \bar{I})^2 E(I)dI \qquad (31)$$

où *E(I)dI* est le nombre de pixels dont l'intensité est comprise entre *I* et *I+dI*. Dans le cas présenté Figure 3-26, les deux valeurs sont $\bar{I} = 6{,}1$ et $\sigma^2 = 10{,}6$.

Ainsi, pour chacun des échantillons imprimés analysés, nous allons déterminer ces deux valeurs et nous pourrons comparer l'influence des différents paramètres sur la qualité d'impression.

- <u>Les deux cas idéaux</u>

Certes, nous avons présenté la méthode pour quantifier la qualité d'impression, mais il nous faut connaître l'objectif à atteindre : soit on souhaite avoir une qualité « point par point », soit une qualité « all-over ». La Figure 3-27 nous présente les courbes de distribution que l'on désirerait obtenir.

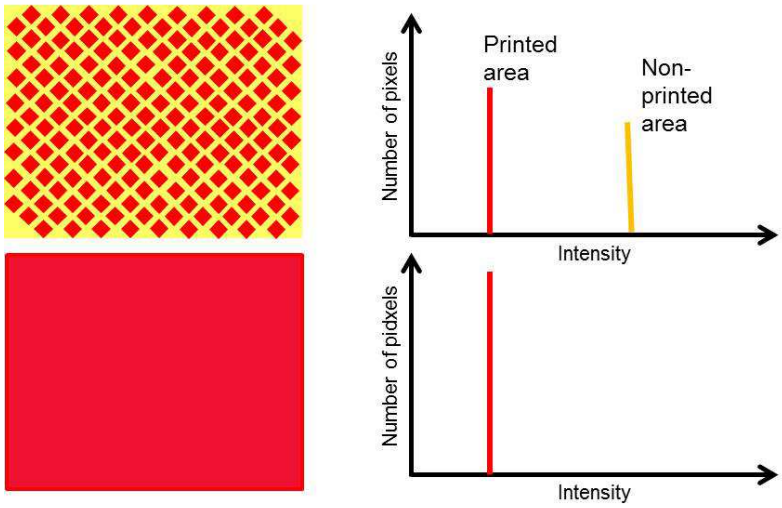


Figure 3-27 - Les courbes de distribution des deux cas idéaux

Dans le cas idéal « point par point », nous voulons deux distributions de Dirac : l'une correspondant à la partie imprimée, la seconde correspondant à la partie non imprimée. Dans le cas idéal « all-over », nous souhaitons une seule distribution de Dirac, correspondant à la couleur recouvrant l'ensemble du support.

Pour ces deux cas, l'intensité idéale dépend de la teinte désirée par le client. Concernant la variance, i.e. l'homogénéité de couleur, sa valeur est de 0 : c'est l'objectif ultime qui est, il est vrai, difficile à atteindre.

3.2. Les matériaux utilisés pour l'étude

Ce paragraphe présente l'ensemble des matériaux utilisés : deux supports et cinq encres. Ces matériaux ont été choisis pour déterminer l'influence de leurs propriétés sur l'imprimabilité.

3.2.1. Les supports

Les deux supports utilisés sont à base de PVC, dont la formule chimique est la suivante :

$$\left(\overset{2}{C}HCl-\overset{1}{C}H_2\right)_n$$

3.2.1.1. Support PVC calandré

Les supports utilisés pour les essais d'impressions sont des supports issus de la production Tarkett. Nous avons utilisé en premier lieu un support PVC calandré, d'épaisseur 0,2 mm. Ce film contient les proportions suivantes (masse) :

- PVC : 40%
- Carbonate de calcium (charge) : 40%
- Additifs : 20%

Cependant, pour les essais de compressibilité, il est impossible de modifier les propriétés du support calandré. Pour cela, nous avons utilisé un support enduit, plus épais, dont la couche à imprimer est une mousse : on peut alors jouer sur l'agent gonflant de cette mousse afin d'obtenir, pour la même épaisseur de film (environ 1,5 mm), différentes compressibilités.

i. Observations MEB

La Figure 3-28a présente un support PVC partiellement imprimé avec une encre rouge habituellement utilisée par Tarkett pour ses impressions. Ces observations permettent de mettre en évidence, avant les mesures de rugosimétrie, la faible rugosité du support. Par ailleurs, sur la droite de l'image, on observe le dépôt d'encre, avec les petites « billes » correspondant au liant, du latex PVC. La Figure 3-28b présente une autre vue du support calandré initial. Nous pouvons observer qu'il n'est pas parfaitement lisse et présente des lignes que l'on peut qualifier de « rainures », dans toutes les directions, ainsi que des « billes » d'un diamètre de l'ordre de 1 µm qui sont probablement des particules de charge.

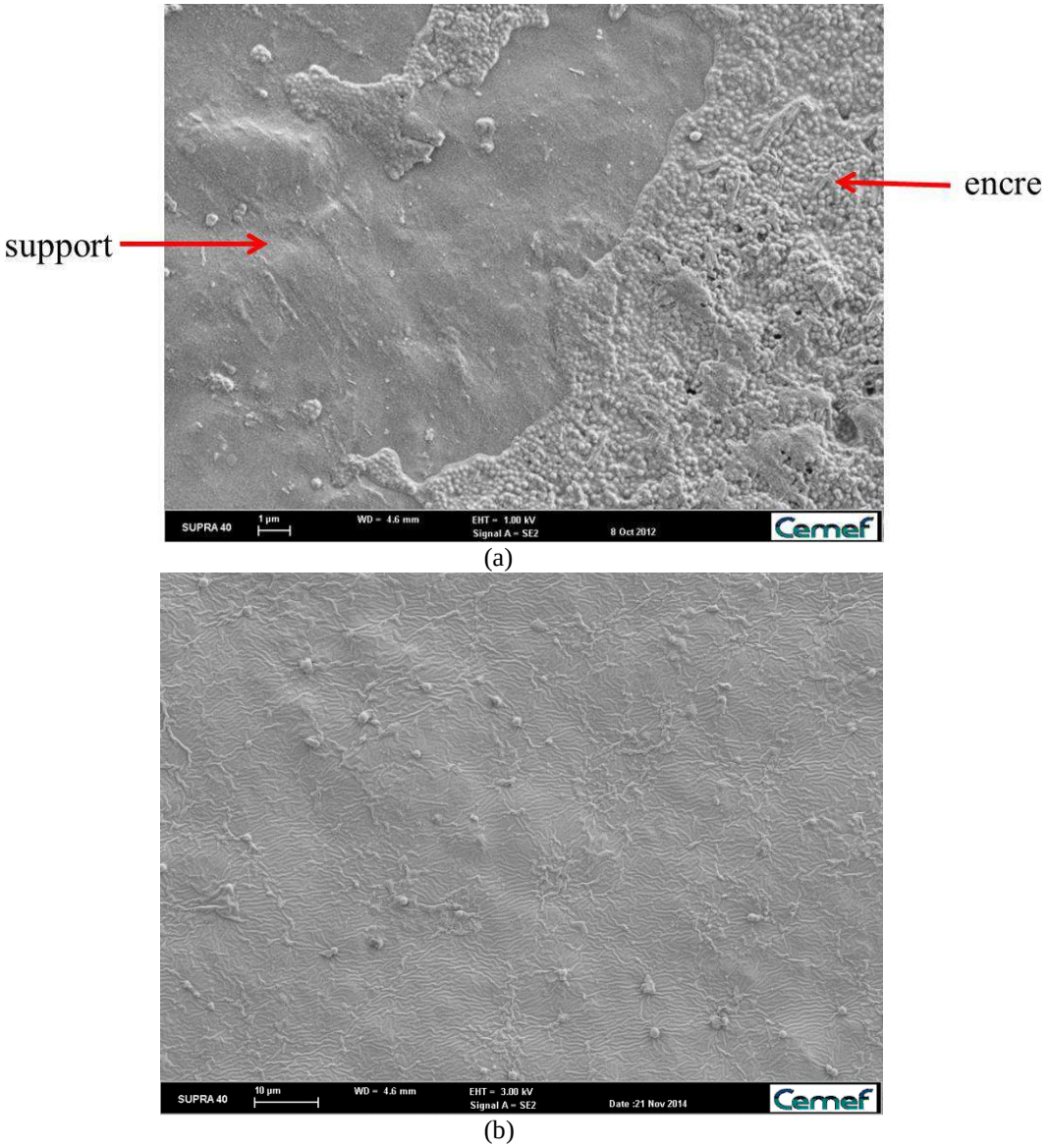


Figure 3-28 – Observation du support PVC calandré, imprimé (a) ou pas (b)

ii. Analyses XPS

Des analyses XPS ont été effectuées sur le PVC calandré. Sur la Figure 3-29, nous observons le spectre théorique des éléments du PVC. Sur le spectre du carbone, les deux pics 1 et 2 correspondent aux liaisons identifiées à la Figure 3-30.

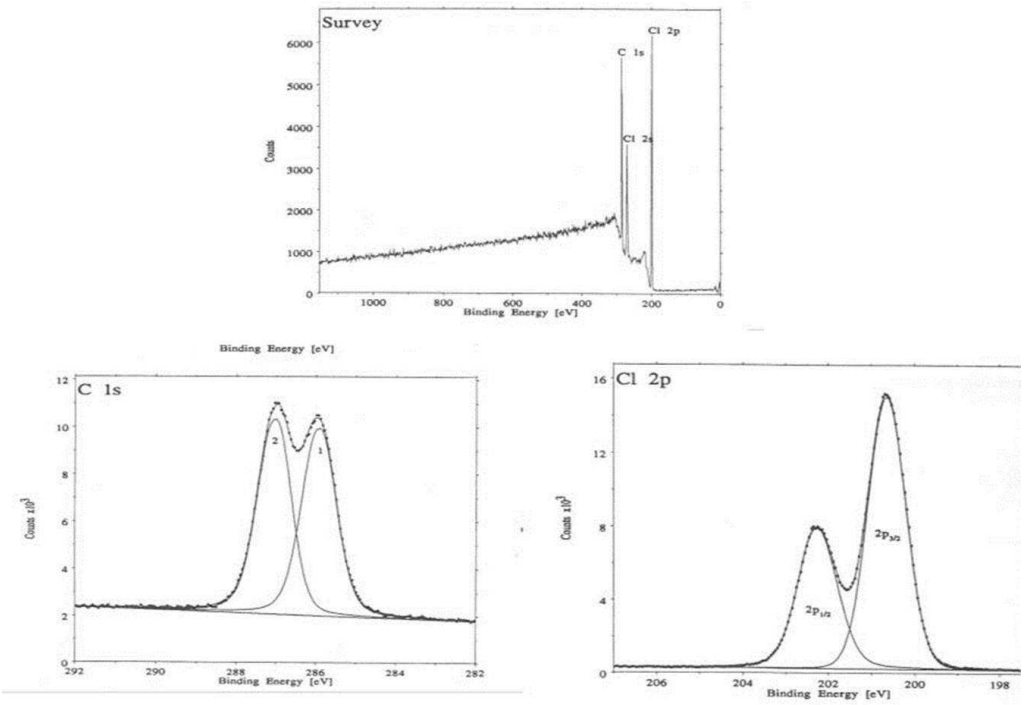


Figure 3-29 – Spectres théoriques du PVC, de l'élément carbone et de l'élément chlore (Moulder et al., 1992)

Nous pouvons aisément repérer les pics correspondant au carbone et au chlore. Regardons le spectre du support calandré utilisé pour l'étude, présenté Figure 3-30. Nous retrouvons le spectre du PVC pur. Nous retrouvons ensuite d'autres pics qui correspondent à tous les additifs et charges qui sont dans la formulation, tels les oxydes de zinc et de baryum et le carbonate de calcium. Nous constatons que, pour le carbone, les liaisons C-O et C=O apparaissent. Elles sont dues aux différentes charges.

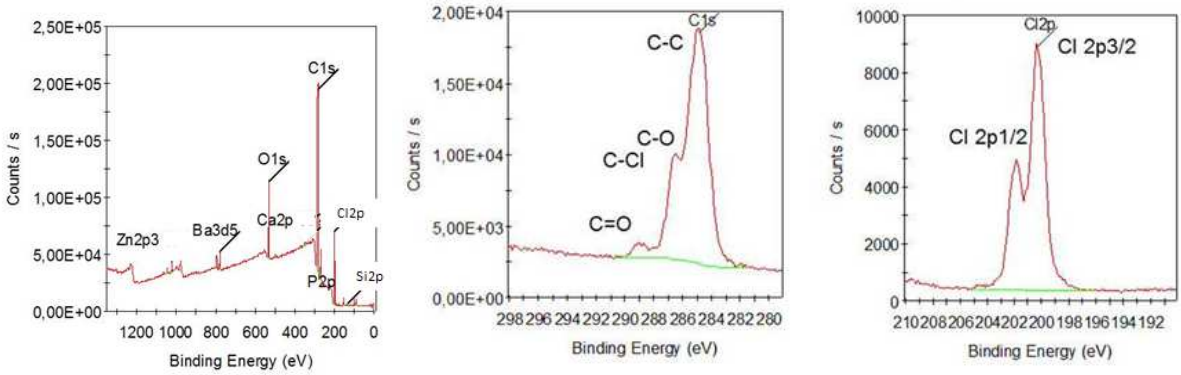


Figure 3-30 – Spectre complet du matériau calandré à base de PVC et fenêtres sur les éléments carbone et chlore

Nous retrouvons plusieurs éléments, résumés dans le Tableau 3-1. La deuxième colonne du tableau est le pourcentage de l'élément et la troisième colonne la proportion de l'élément par rapport au chlore. Notons que la proportion théorique entre le nombre de carbone et de chlore est de 2. Nous constatons que la proportion de carbone par rapport au chlore est trois fois supérieure à la normale, ce qui est la conséquence de l'apport de charges dans la formulation de PVC (carbonate de calcium) et de la couche de pollution.

Atome	% atomique	% élément / % chlore
C	70,1	6,4
Cl	11,0	1,0
O	11,7	1,1
Ba	3,3	0,3
Zn	2,7	0,3
Si	0,4	0,04
Ca	0,3	0,03
P	0,5	0,05

Tableau 3-1 – Proportion de chaque élément en surface du film PVC calandré, analysée sur une plage d'environ 200 x 200 µm

iii. Rugosité

Des mesures de rugosité ont été effectuées sur le support calandré, avec le rugosimètre confocal et le logiciel Gwyddion. Avec la méthode présentée au paragraphe 3.1.3.2., nous obtenons un indice de rugosité de **1,20 µm ± 0,05**. Notons que les mesures ont été effectuées sur une surface de 5 x 5 mm.

3.2.1.2. Support PVC enduit

Nous utilisons également un autre type de support : un support enduit, dont la formulation est également à base de PVC. Ce support permettra de connaître l'influence du support sur la qualité d'impression.

Un support enduit est composé de plusieurs couches (épaisseur totale : 1,08 mm) :

- Une mousse-dos : d'une épaisseur de 0,50 mm, c'est la couche de base du revêtement de sol ;
- Un voile de verre imprégné avec une formulation à base de PVC, d'une épaisseur de 0,36 mm ;
- Une mousse dite « belle-face », face sur laquelle l'impression sera effectuée, d'une épaisseur de 0,22 mm.

Pour mettre en forme un tel support, en premier lieu on imprègne le voile de verre des deux côtés, ensuite on enduit la mousse « belle-face ». S'ensuit l'impression par héliogravure et la dépose d'une couche d'usure. On finit par la couche de mousse-dos.

Nous avons donc un support qui est une mousse : nous pourrons jouer à la fois sur la compressibilité et sur l'épaisseur du support.

i. Observations MEB

La Figure 3-31 présente une observation au MEB du support enduit.

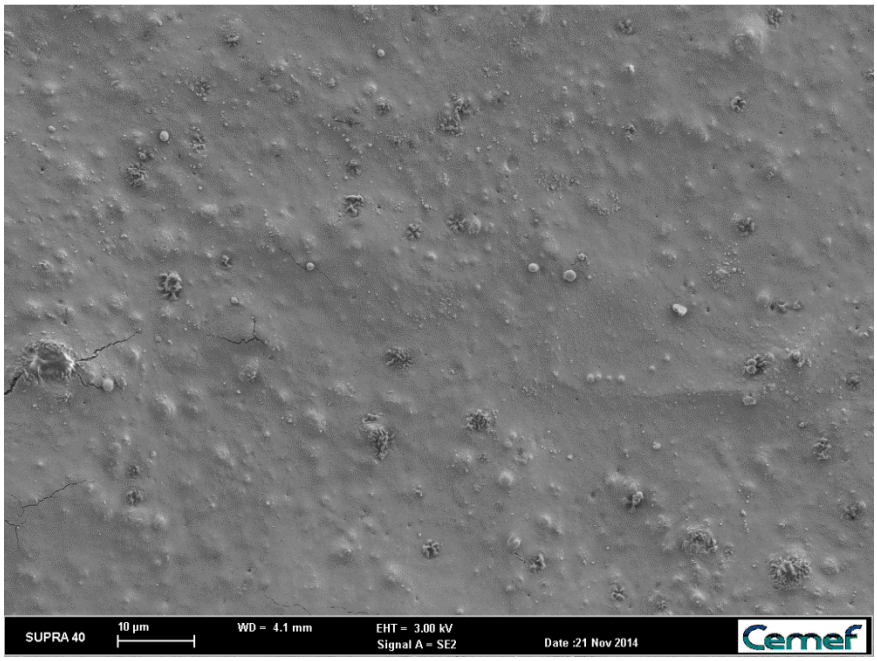


Figure 3-31 - Support enduit à base de PVC

Nous observons, comme pour le support calandré, que la surface n'est pas parfaitement lisse. Nous remarquons la présence de nombreux points en relief (notamment des agglomérats de charges sous la surface), ainsi que la présence de fissures, qui peuvent apparaître lors de la mise en forme. Cette image présente l'ensemble de ce que l'on peut retrouver comme irrégularités, mais notons que les fissures sont assez rares.

N.B. Aucune analyse de surface n'a pu être faite en raison des risques de dégazage lors de la mise sous vide de l'échantillon.

ii. Rugosité

Des mesures de rugosité ont été effectuées sur le support enduit, avec la méthode présentée au paragraphe 3.1.3.2. Nous obtenons un indice de rugosité de **1,73 µm ± 0,11**. Le support enduit est donc légèrement plus rugueux que le support calandré. Comme dans le cas du support calandré, les mesures ont été effectuées sur une surface de 5 x 5 mm.

3.2.2. Les encres

Les encres utilisées pour les essais d'impression sont en partie formulées au sein de Tarkett. Elles sont composées :

- A 75% (en masse) d'une résine composée :
  - D'un solvant ~ 35 %
  - De liant (latex PVC) ~ 35 %
  - D'anti-mousse ~1 %

- De dispersant ~ 0,5 %
- De tensioactifs (silicone) ~ 1 %
- D'agents de coalescence ~ 1 %
- D'agents rhéo-épaississant (à base de polyuréthane) ~ 1-2 %.

- A 25% en masse d'une encre mère fournie à Tarkett par Sun Chemical : cette encre mère est une pâte pigmentaire, composée à près de 85% de pigments et à 15% d'une résine à base de latex PVC. La couleur utilisée pour la majorité des essais est le rouge. Nous avons choisi des pigments rouges car, si les pigments sont trop foncés (noir) ou trop clairs (jaune), il aurait été plus difficile de juger les détails de l'impression.

Pour l'étude de l'influence des propriétés des encres sur la qualité d'impression, nous allons utiliser 5 encres :

- Une encre dite « référence » : formulée chez Tarkett, elle est utilisée en production ;
- L'encre 1 (BT) : cette encre possède la même viscosité que l'encre référence, mais une tension de surface inférieure (nous augmentons la quantité de solution tensioactive) ;
- L'encre 2 (HT) : cette encre possède la même viscosité que l'encre référence, mais une tension de surface supérieure (nous diminuons la quantité de solution tensioactive) ;
- L'encre 3 (BV) : cette encre possède la même tension de surface que l'encre référence, mais une viscosité inférieure (nous diminuons la quantité d'agent rhéo-épaississant) ;
- L'encre 4 (HV): cette encre possède la même tension de surface que l'encre référence, mais une viscosité supérieure (nous augmentons la quantité d'agent rhéo-épaississant) ;

3.2.2.1. Les observations MEB

La Figure 3-32 présente la résine utilisée, sans l'encre mère (résine pour l'encre référence).

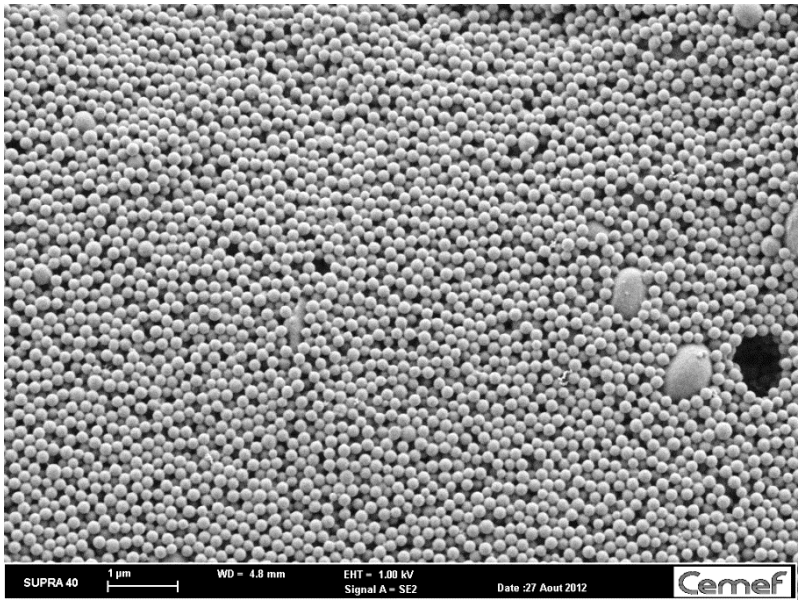


Figure 3-32 - Observation microscopique la résine utilisée pour l'encre référence, déposée sur un support métallique et séchée à l'air libre

On met en évidence sur cette image la présence de petites « billes » de diamètre de l'ordre de 0,2 µm, qui correspondent au liant, le latex PVC, et la présence de « billes » plus grosses (diamètre de l'ordre de 0,8-1 µm) qui sont des acrylates.

La Figure 3-33 présente l'encre référence complète, i.e. avec l'encre mère. Nous observons la présence de « bâtonnets », d'une longueur de l'ordre de 1 µm, qui sont les pigments qui donnent la couleur à l'encre. On voit bien que la proportion de pigments est faible, mais suffisante pour donner la couleur souhaitée à l'encre.

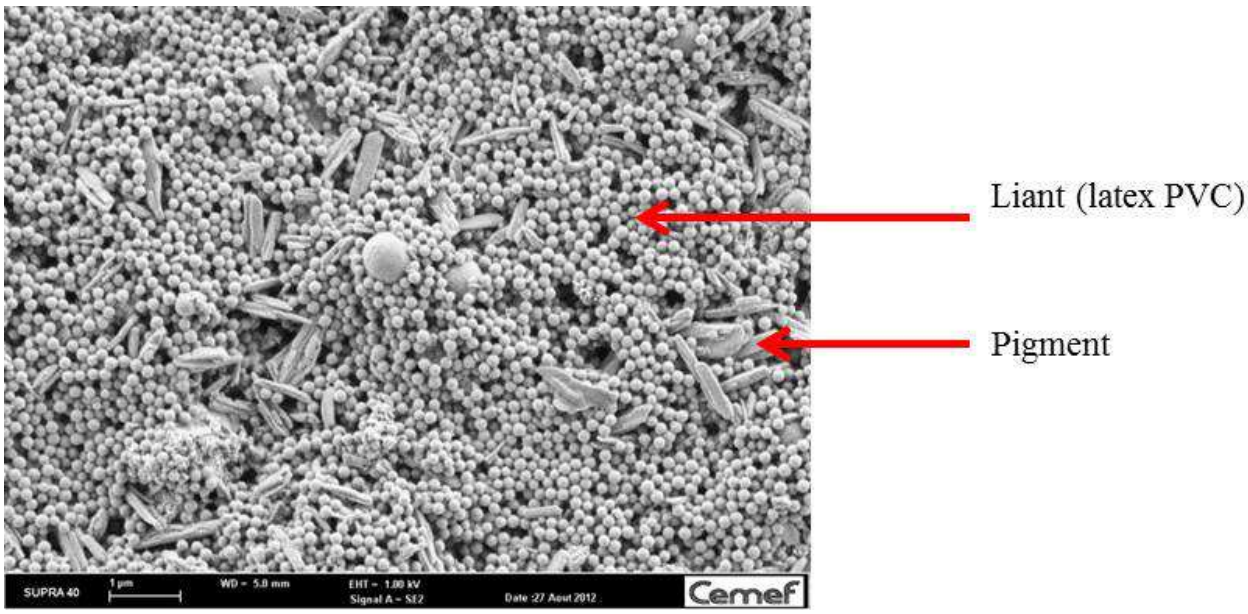


Figure 3-33 – Observation microscopique de l'encre référence utilisée, déposée sur un support métallique et séchée à l'air libre

L'observation est similaire quelle que soit l'encre visualisée.

3.2.2.2. Les analyses EDS

Les analyses EDS ont été effectuées sur les différentes encres. Les encres sont déposées sur un support métallique et séchées à l'air libre.

Atome	% atomique	% masse
C	86,4	74,1
O	5,8	6,6
Al	0,1	0,2
Si	0,4	0,8
P	0,1	0,3
S	0,1	0,2
Cl	7,0	17,8

Tableau 3-2 - Analyse EDS des encres (encre référence)

Sur le Tableau 3-2, nous avons les différents résultats. Nous constatons une grande quantité de carbone (près de 75% en masse), une quantité non négligeable de chlore (près de 18% en masse) et une quantité plus limitée d'oxygène (6,5 % en masse). Enfin, nous retrouvons la présence, en faible quantité, d'aluminium, de silicium, ou encore de phosphore et de soufre. Nous ne pensons pas que les pigments contiennent un élément colorant inorganique comme l'oxyde de fer.

3.2.2.3. Le comportement rhéologique

L'étude du comportement rhéologique des encres formulées est un aspect fondamental de ce travail.

Il faut préciser, en premier lieu, que nous avons utilisé deux lots d'encres :

- Un premier, formulé pour la réalisation des essais d'impression, et sur lequel nous avons essentiellement mesuré une viscosité au viscosimètre Brookfield, ce qui a permis d'obtenir une première comparaison de nos encres ;
- Un second, formulé un an après avec la même composition, afin de caractériser avec précision le comportement rhéologique, avec le dispositf de Couette sur un rhéomètre Anton-Paar MCR 302.

i. Préliminaire : première caractérisation au viscosimètre Brookfield

Le test au viscosimètre Brookfield est le test de base effectué par Tarkett pour s'assurer que leurs encres sont dans la bonne plage de viscosité. Le schéma de principe est présenté Figure 3-34.

Le protocole utilisé par Tarkett, et que nous suivons, est le suivant :

- Mobile (spindle) de diamètre 27 mm ;
- Diamètre du récipient contenant l'encre : 50 mm ;
- Vitesse de rotation du mobile : 50 tr/min ;
- Température d'essai : 25°C.

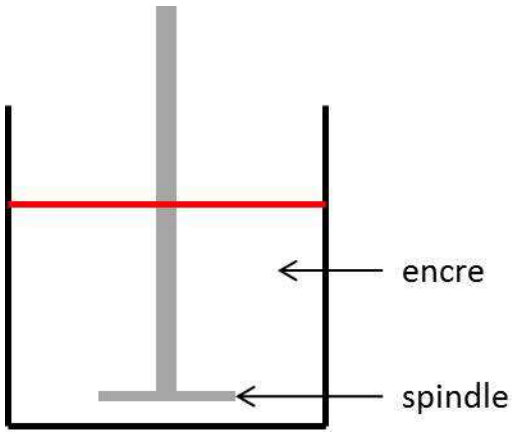


Figure 3-34 - Schéma de principe du viscosimètre Brookfield

Il est possible d'estimer le taux de cisaillement au sein du récipient. C'est une estimation très grossière car le taux de cisaillement est loin d'être uniforme dans cette géométrie. Sa valeur maximale est atteinte entre le mobile et le récipient (Figure 3-35).

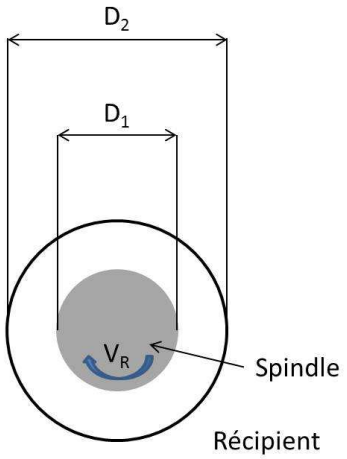


Figure 3-35 - Paramètres utilisés pour déterminer le taux de cisaillement

Si la vitesse de rotation du mobile est V_R, son diamètre D_1 et le diamètre du récipient D_2, le cisaillement entre le mobile et le récipient se fait selon une distance $D_{12} = \frac{D_2 - D_1}{2}$. Dans notre cas, V_R = 50 tr/min = 0,07 m/s, et D_{12} = 1,15 cm. Le taux de cisaillement est alors :

$$\dot{\gamma} = \frac{V_R}{D_{12}} = 6{,}1\ s^{-1}$$

Ainsi, pour un taux de cisaillement donné, la viscosité est mesurée pour chacune des encres du premier lot. Les résultats sont présentés Tableau 3-3.

Nous voyons donc une hiérarchie s'installer. L'encre référence, ainsi que les encres 1 et 2 (qui correspondent aux encres basse et haute tension de surface), possèdent des viscosités équivalentes. La viscosité de l'encre 3 est, quant à elle, bien inférieure, et celle de l'encre 4 bien supérieure à l'encre référence.

Encre	Viscosité (mPa.s)
Référence	253 ± 6
1 (BT)	245 ± 5
2 (HT)	241 ± 10
3 (BV)	65 ± 10
4 (HV)	647 ± 15

Tableau 3-1 - Valeur de la viscosité mesurée au viscosimètre Brookfield pour le lot 1

ii. Caractérisation complète du comportement rhéologique des encres

Domaine linéaire

L'étude du domaine linéaire est nécessaire pour déterminer la plage de déformation dans laquelle les propriétés viscoélastiques sont indépendantes de la déformation. Afin de s'assurer

de la corrélation entre les deux lots d'encre, nous comparons le domaine linéaire des deux encres références.

Le protocole utilisé pour les mesures est :

- Encres références (lots 1 et 2) ;
- Fréquence angulaire : 10 rad/s ;
- Déformation : de 10^{-2} à 100 %.

Les Figures 3-36 et 3-37 présentent l'évolution de *G'* et de *G''* pour les deux encres.

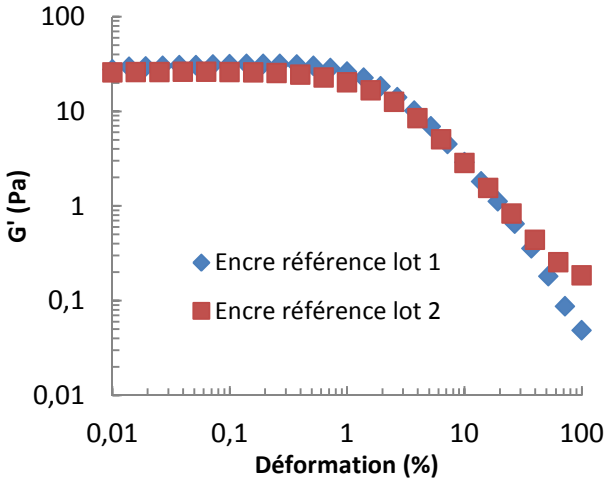


Figure 3-36 – Module *G'* en fonction de la déformation pour les deux encres référence

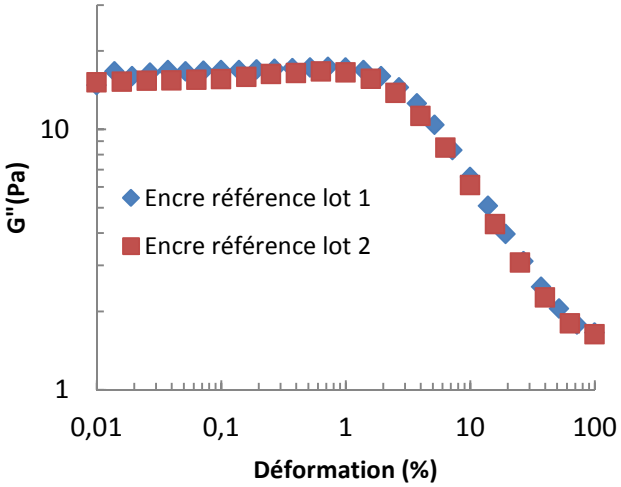


Figure 3-37 - Module *G''* en fonction de la déformation pour les deux encres références

Nous constatons la bonne concordance entre les deux encres, avec un domaine linéaire de l'ordre de 0,7 %. Ce résultat justifie le fait que, dans la suite, nous ne travaillerons que sur le lot 2. La faible valeur de la déformation critique s'explique par le fait que ces encres sont des milieux fortement chargés.

Stabilité temporelle

Nous utilisons ici uniquement l'encre référence du lot 2 et nous procédons comme suit :

- Test 1 : balayage en fréquence direct, sans pré-cisaillement, et sans temps d'attente. Les conditions du balayage en fréquence sont les suivantes :
  - Déformation : 0,1 % (nous sommes dans le domaine linéaire) ;
  - Fréquence angulaire : de 0,1 à 100 rad/s ;
  - Température : 25°C.
- Test 2 : « time-sweep » et balayage en fréquence : avant d'effectuer la mesure, on laisse l'encre se « reposer » pendant 5 minutes à une fréquence de 10 rad/s.
- Test 3 : pré-cisaillement et balayage en fréquence. Avant d'effectuer la mesure, on effectue un pré-cisaillement de 5 minutes à une vitesse de déformation de 10 s^{-1}.
- Test 4 : pré-cisaillement et « time-sweep ». On effectue un pré-cisaillement de 5 minutes à 10 s^{-1} , puis on la caractérise à 10 rad/s pendant 20 minutes.

Les Figures 3-38 et 3-39 présentent l'évolution de *G'* et de *G''* en fonction de la fréquence angulaire, pour les trois premier tests.

Nous remarquons que, pour les tests 1 et 2, *G'* et *G''* sont équivalents, alors que les modules sont très nettement inférieurs dans le cas du test 3 (avec pré-cisaillement). Cela signifie que l'encre possède un certain niveau de structuration, que l'on est capable de détruire en imposant un cisaillement et de grandes déformations. Après déstructuration, l'encre se restructure au cours du temps, comme on peut le voir à la Figure 3-40. Au départ, le comportement est de type fluide (*G''* > *G'*). Après 1 min environ, *G'* devient supérieur à *G''*, avec un comportement de type gel faible. L'évolution est ensuite continue, sans saturation dans le temps, comme c'est le cas pour les matériaux de type verres colloïdaux (Domenech et al., 2014). Comme pour ces derniers, *G'* et *G''* suivent des lois puissances ($G' \propto t^{\alpha}$, $G'' \propto t^{\beta}$), avec des valeurs de α et β de l'ordre de 0,2 et 0,5, respectivement.

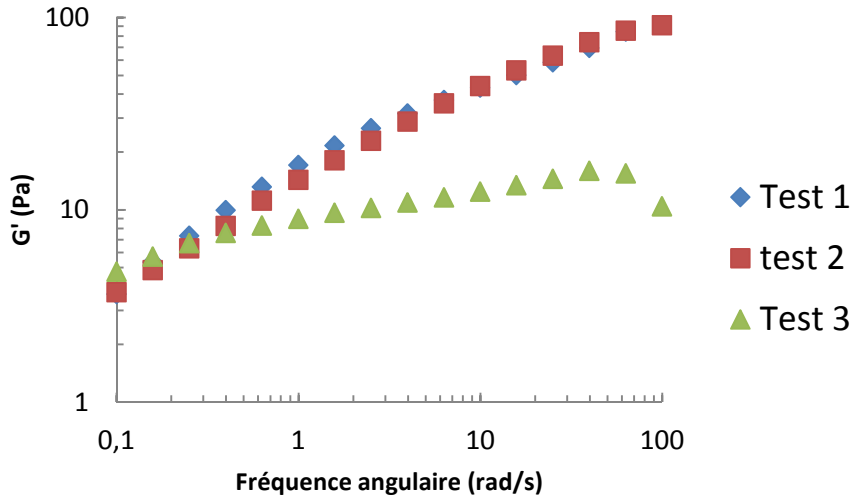


Figure 3-38 - Module *G'* en fonction de la fréquence angulaire pour les 3 tests effectués

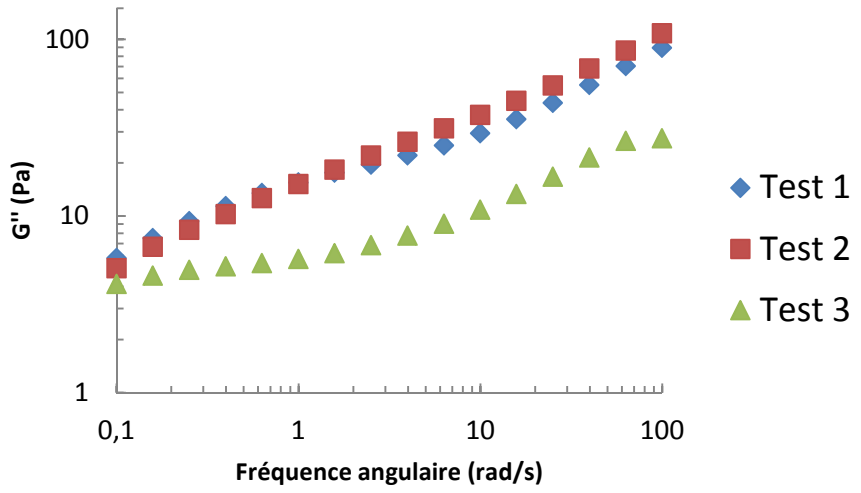


Figure 3-39 - Module *G''* en fonction de la fréquence angulaire pour les 3 tests effectués

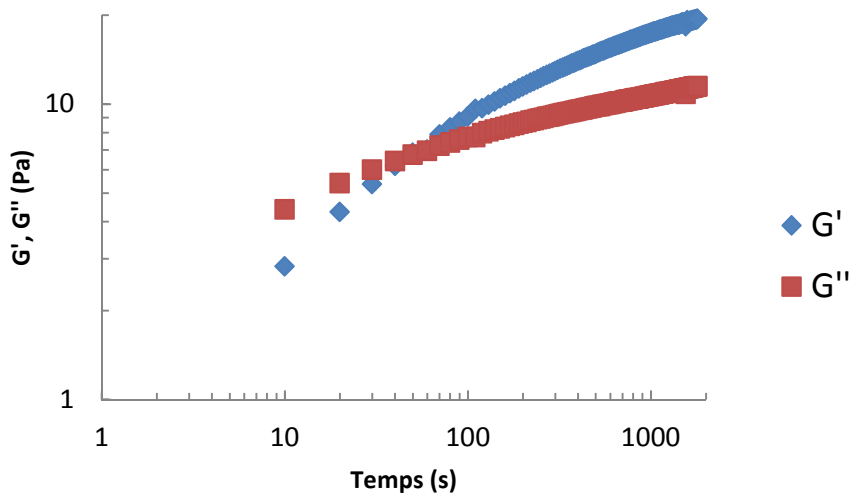


Figure 3-40 – Evolution de *G'* et de *G''* en fonction du temps

L'encre se comporte donc comme un matériau thixotrope. L'objectif, pour la caractérisation du comportement rhéologique, est d'avoir des états structuraux identiques avant le balayage en fréquence. Ainsi, nous avons choisi, pour l'ensemble des mesures, d'effectuer un pré-cisaillement, suivi d'un « time-sweep », puis de la mesure en balayage. Cela permet de déstructurer complètement le produit, puis de le laisser atteindre un niveau référence de restructuration dans lequel il sera caractérisé.

<u>Mesures en dynamique de l'ensemble des encres</u>

Nous mesurons désormais le comportement rhéologique de l'ensemble des encres, en respectant le protocole suivant :

- Pré-cisaillement de 5 minutes à une vitesse de déformation de 10 s^{-1} ;
- « Time-sweep » de 5 minutes à une fréquence angulaire de 10 rad/s et une déformation de 0,1% ;
- Balayage en fréquence, de 0,1 à 100 rad/s.

Comparons dans un premier temps l'encre référence avec les encres 1 et 2 qui correspondent aux encres basse et haute tension de surface. Les Figures 3-41, 3-42 et 3-43 présentent l'évolution de *G'*, *G''* et de la viscosité complexe en fonction de la fréquence angulaire.

Nous constatons que le comportement entre les trois encres est très proche (pour *G'*, *G''* et donc η^*). Ainsi, nous avons bien 3 encres avec le même comportement rhéologique mais 3 tensions de surface différentes.

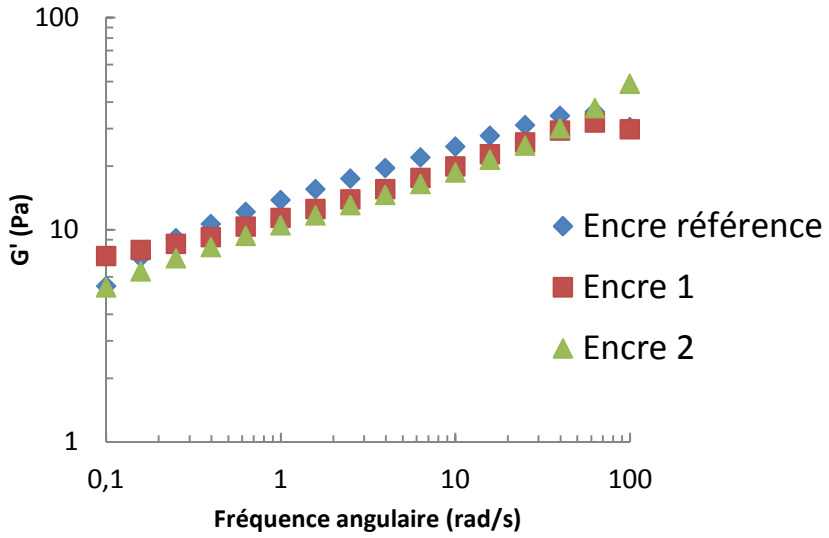


Figure 3-41 – Evolution de *G'* en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 1 (BT) et 2 (HT)

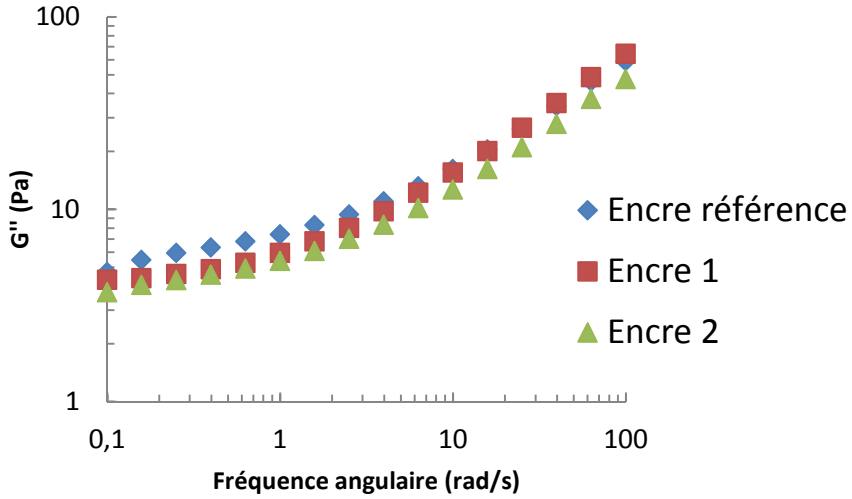


Figure 3-42 - Evolution de *G''* en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 1 (BT) et 2 (HT)

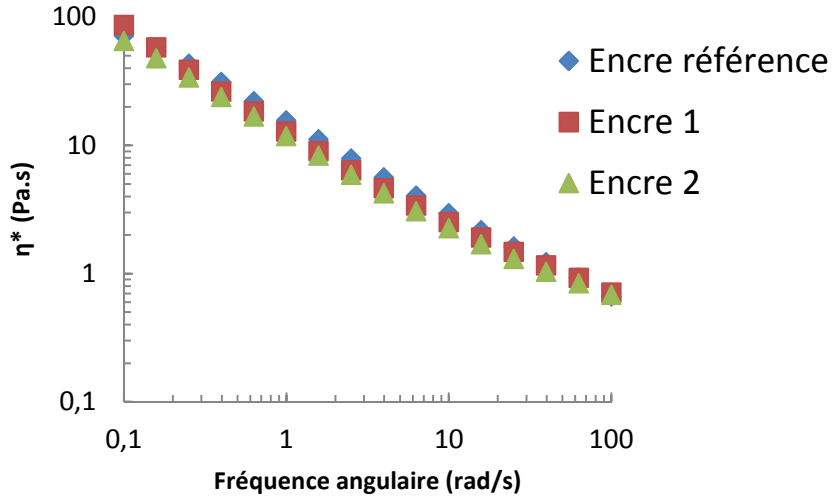


Figure 3-43 - Evolution de η^* en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 1 (BT) et 2 (HT)

En première approximation, nous pouvons décrire les courbes de viscosité complexe avec une loi-puissance, du type :

$$\eta^* = K|\omega|^{m-1} \qquad (32)$$

où :

- *K* est la consistance du matériau (en Pa.s^m) ;
- *m* est l'indice de sensibilité à la vitesse de déformation (ou indice de pseudo-plasticité).

La Figure 3-44 présente la corrélation de la courbe de viscosité pour l'encre référence avec une loi puissance.

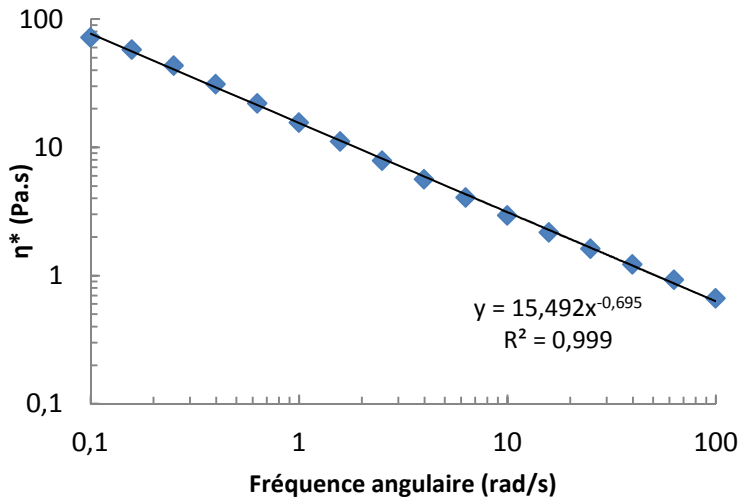


Figure 3-44 - Corrélation de la courbe de viscosité de l'encre référence avec une loi-puissance

Pour chacune des courbes correspondant aux encres référence, 1 et 2, le Tableau 3-4 donne la valeur de *K* et de *m*. Nous constatons que les consistances et les indices de sensibilité sont similaires pour les trois encres.

Encre	*K* (Pa.s^m)	*m*
Reference	15,5	0,31
1 (BT)	12,2	0,31
2 (HT)	12,5	0,32

Tableau 3-2 – Caractéristiques rhéologiques des encres référence, 1 et 2

Comparons désormais l'encre référence avec les encres 3 et 4 qui correspondent aux encres basse et haute viscosité. Rappelons que toutes ces encres ont la même tension de surface.

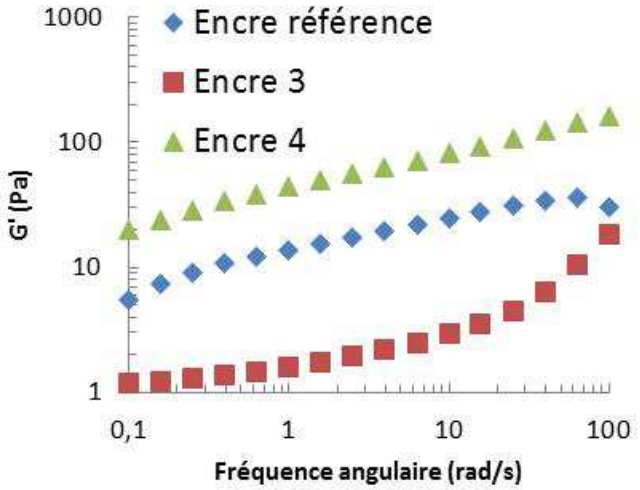


Figure 3-45- Evolution de *G'* en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 3 (BV) et 4 (HV)

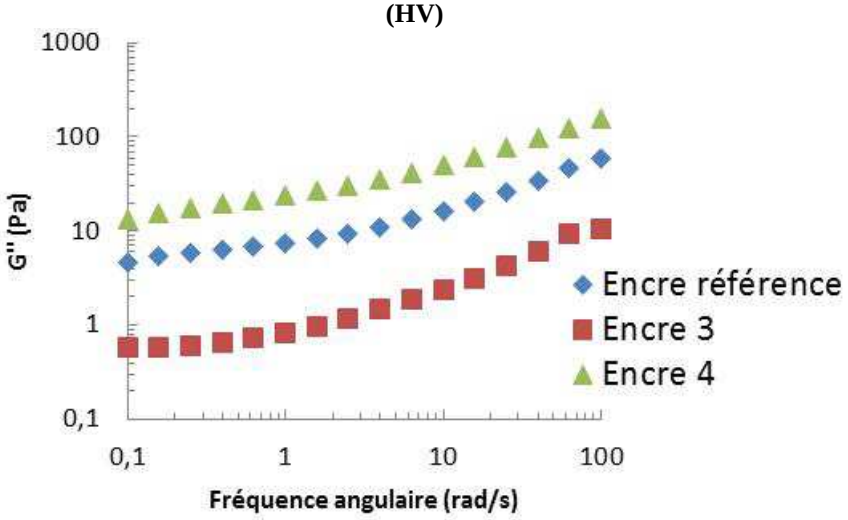


Figure 3-46 - Evolution de *G''* en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 3 (BV) et 4 (HV)

Les Figures 3-45, 3-46 et 3-47 présentent l'évolution de *G'*, *G''* et de la viscosité complexe en fonction de la fréquence angulaire.

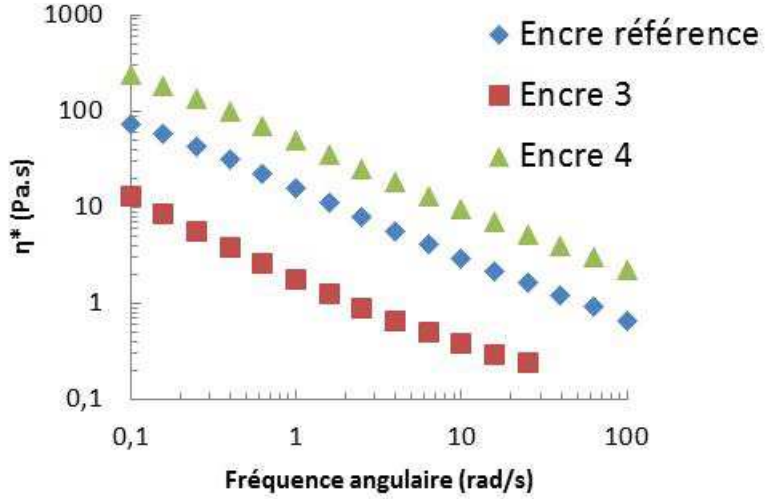


Figure 3-47 - Evolution de *η en fonction de la fréquence angulaire pour les encres référence, 3 (BV) et 4 (HV)**

Nous remarquons bien que l'encre 3 est nettement plus fluide et l'encre 4 nettement plus visqueuse que l'encre référence. Ici aussi, les variations de la viscosité complexe en fonction de la fréquence angulaire peuvent être modélisées par des lois puissances. Nous obtenons les valeurs de *K* et de *m*, présentées Tableau 3-5.

Encre	*K* (Pa.s^m)	*m*
Reference	15,5	0,31
3 (BV)	2,4	0,23
4 (HV)	49,6	0,31

Tableau 3-3 - Caractéristiques rhéologiques des encres référence, 3 et 4

Nous pouvons ainsi confirmer que les consistances des encres sont très différentes, pour des sensibilités à la vitesse de déformation semblables. Pour l'ensemble des encres testées, on remarque que la consistance est à peu près proportionnelle à la viscosité Brookfield.

<u>Mesures en continu de l'ensemble des encres</u>

Pour des fluides structurés et thixotropes, il est important d'effectuer également des mesures de viscosité en mode continu. Ces mesures sont faites sans traitement préalable (pré-cisaillement ou « time-sweep ») car la mesure elle-même se fait en grandes déformations. Les conditions de mesure sont les suivantes :

- Vitesse de cisaillement de 1 à 100 s^{-1} ;
- Température : 25 °C.

La Figure 3-48 présente une comparaison, pour l'encre référence, entre une mesure en dynamique et une mesure en continu.

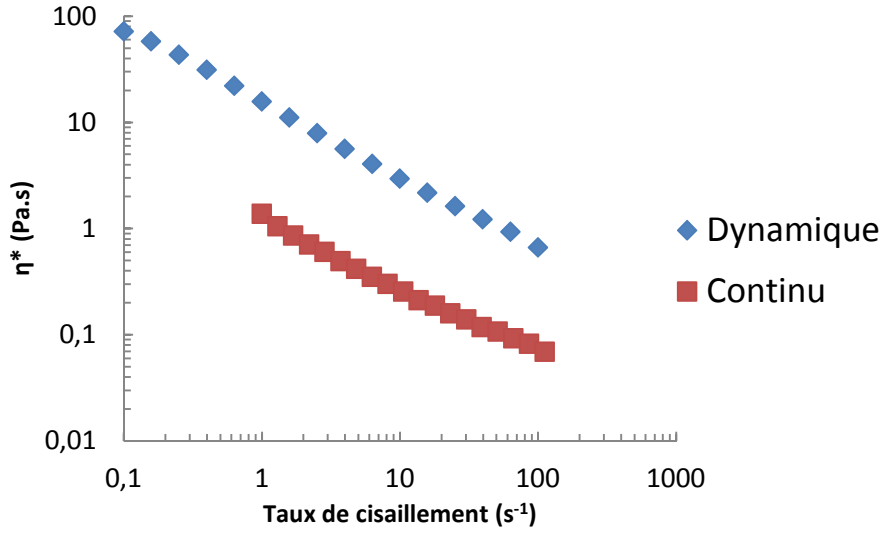


Figure 3-48 - Comparaison entre mesures en dynamique et en continu pour l'encre référence

Nous remarquons la baisse de viscosité significative de la viscosité de l'encre lorsque la mesure est faite en continu. En effet, le cisaillement déstructure l'encre et abaisse la viscosité. Ici nous avons deux décades d'écart entre les deux types de mesure.

L'évolution de la viscosité est ici moins linéaire qu'en mode dynamique et une loi de Herschel-Bulkley (Herschel et Bulkley, 1926) est préférable à une loi puissance pour décrire ce comportement :

$$\begin{cases} \eta = \frac{\sigma_0}{\dot{\gamma}} + K\dot{\gamma}^{m-1} & si\ \sigma > \sigma_0 \\ \dot{\gamma} = 0 & si\ \sigma < \sigma_0 \end{cases} \qquad (33)$$

où :

- σ est la contrainte de cisaillement ;
- σ_0 est le seuil d'écoulement.

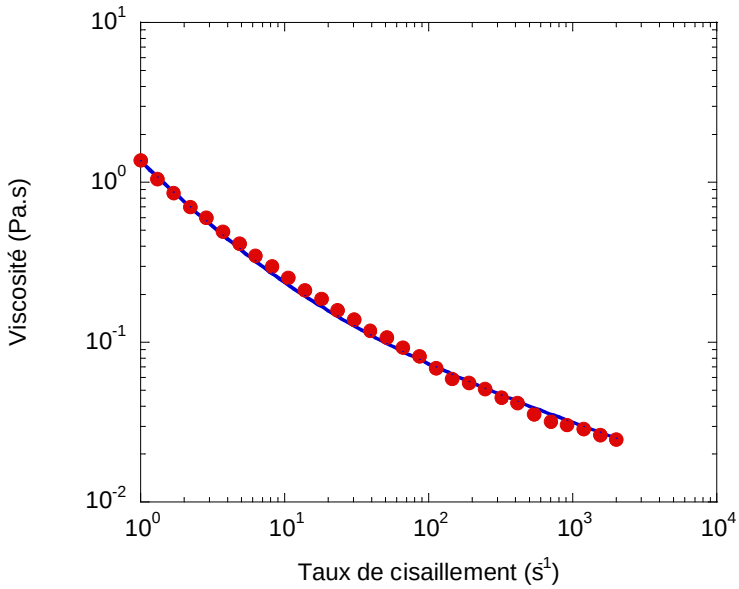


Figure 3-49 – Lissage de la courbe de viscosité en continu par une loi d'Herschel-Bulkley

La Figure 3-49 montre le lissage de la courbe expérimentale pour l'encre référence. Nous obtenons : K = 0,26 Pa.s^m, m = 0,69 et σ_0 = 1,1 Pa.

La Figure 3-50 montre l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour les encres référence, 1 (BT) et 2 (HT).

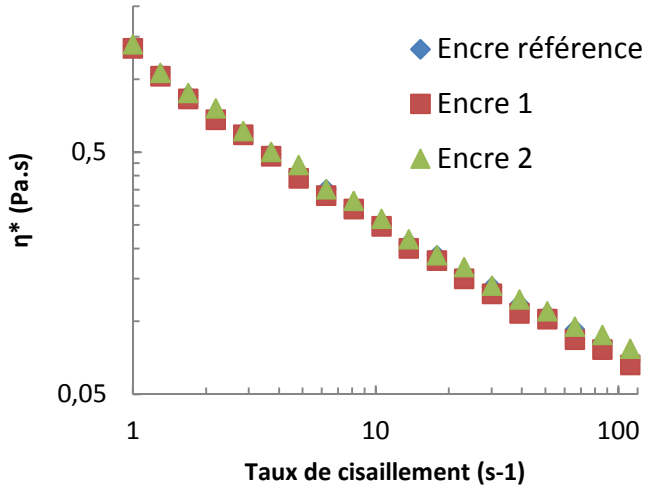


Figure 3-50 – Evolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour les encres référence, 1 (BT) et 2 (HT)

Comme en mode dynamique, les courbes sont très proches les unes des autres. Les paramètres de la loi d'Herschel-Bulkley sont donnés Tableau 3-6.

Encre	σ_0 (Pa)	K (Pa.s^m)	m
Reference	1,19	0,23	0,70
1 (BT)	1,21	0,21	0,70
2 (HT)	1,20	0,25	0,69

Tableau 3-4 – Caractéristiques rhéologiques (en continu) des encres référence, 1 et 2

Effectuons la même démarche pour les encres 3 (BV) et 4 (HV). La Figure 3-51 montre l'évolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour les encres référence, 3 et 4, et le Tableau 3-7 présente les valeurs correspondantes des paramètres de la loi d'Herschel-Bulkley.

Encre	σ_0 (Pa)	K (Pa.s^m)	m
Reference	1,19	0,23	0,70
3 (BV)	1,31	0,10	0,81
4 (HV)	1,52	0,31	0,70

Tableau 3-5 – Caractéristiques rhéologiques (en continu) des encres référence, 3 (BV) et 4 (HV)

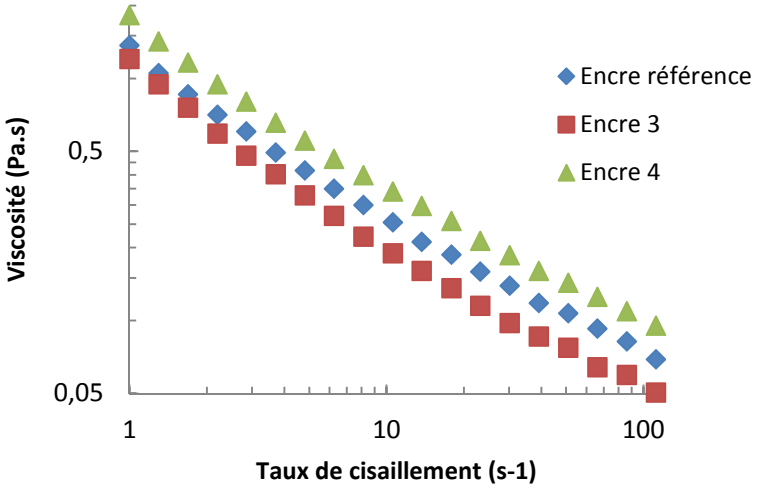


Figure 3-51 - Evolution de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour les encres référence, 3 (BV) et 4 (HV)

Nous constatons que la hiérarchie déterminée lors des essais en dynamique est maintenue dans le cas continu. La consistance et le seuil d'écoulement sont plus forts pour l'encre 4 de haute viscosité. L'indice de sensibilité à la vitesse de déformation est légèrement supérieur pour l'encre 3, de faible viscosité, traduisant un comportement plus newtonien.

<u>Influence de la température sur les propriétés rhéologiques des encres</u>
Pour terminer la caractérisation rhéologique, des mesures en dynamique ont été effectuées à une autre température, 40°C, sur l'encre de référence. La Figure 3-52 montre l'influence de la température sur la viscosité.

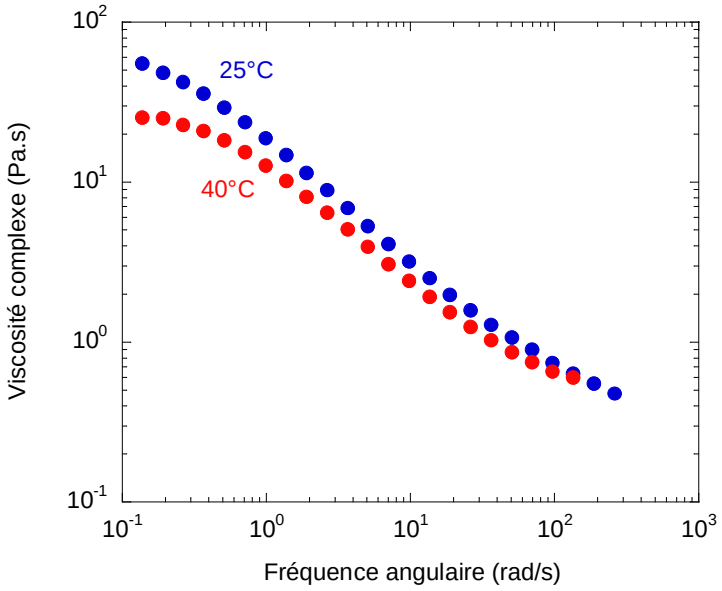


Figure 3-52 - Influence de la température sur la viscosité complexe de l'encre référence

Nous remarquons une légère différence entre les deux courbes. En appliquant le principe de superposition temps/température (Agassant et al., 2014), il est possible d'obtenir une courbe maîtresse (Figure 3-53). Pour cela, on a tracé la viscosité réduite η^*/a_T en fonction de la fréquence angulaire réduite ωa_T, où a_T est le facteur de glissement.

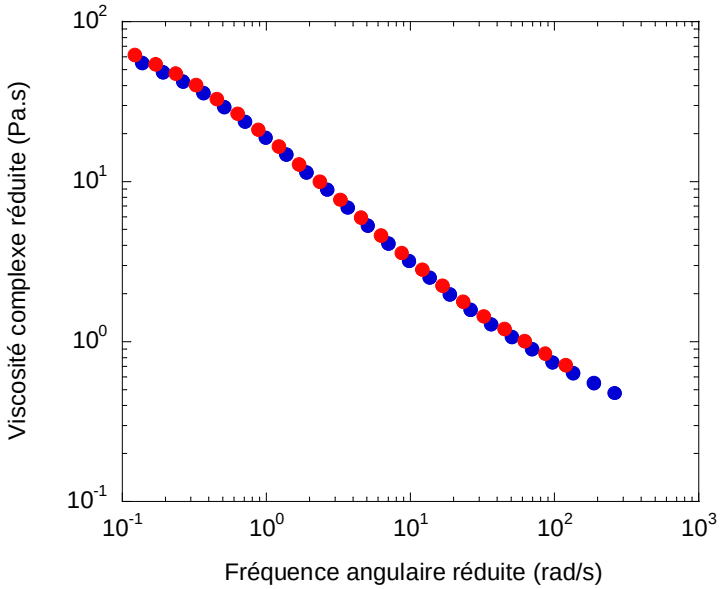


Figure 3-53 – Courbe maîtresse obtenue par superposition temps/température

a_T est généralement décrit par une la loi d'Arrhénius :

$$a_T = \exp\left(\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \qquad (34)$$

où :

- E : énergie d'activation (J) ;
- R : constante des gaz parfaits. R = 8,31 J/mol/K ;
- T : température (K) ;
- T_0 : température de référence (K) ;

On obtient une énergie d'activation de 6020 J/mol. Cette énergie est très faible, ce qui signifie que les encres utilisées pour l'étude sont très peu thermodépendantes.

3.2.2.4. La tension de surface et les angles de contact

Deux encres ont été réalisées avec différentes tensions de surface. Ces encres, comme on a pu le voir à la Figure 3-43, ont le même comportement rhéologique que l'encre référence, avec une viscosité équivalente. En modifiant la quantité de tensioactif, il a été possible de faire varier la tension de surface sans altérer le comportement rhéologique de ces encres.

Par ailleurs, lors de l'impression par héliogravure, l'encre est en contact tout d'abord avec le cylindre encreur (dans les cellules), puis avec le support. Ainsi, les interactions encre/support et encre/cylindre sont primordiales dans le transfert de l'encre des cellules vers le support et dans l'étalement de l'encre sur le support.

Le Tableau 3-6 présente les masses volumiques, tensions de surface ainsi que les angles de contact statique des différentes encres sur le PVC calandré ou enduit et le cylindre encreur. Cinq mesures sont faites pour chaque encre sur chaque support.

Encre	Masse volumique (g/cm^3)	Tension de surface (mN/m)	Angle de contact sur support calandré	Angle de contact sur support enduit	Angle de contact sur cylindre encreur
Reference	1,01 ± 0,01	25,2 ± 0,4	58,8 ± 1,1	44,3 ± 1,3	70,2 ± 0,8
1	1,03 ± 0,01	22,8 ± 0,2	48,7 ± 1,3	39,3 ± 1,5	59,3 ± 0,6
2	0,99 ± 0,02	29,0 ± 0,5	62,2 ± 0,9	47,2 ± 1,1	77,3 ± 1,0
3	1,00 ± 0,1	26,3 ± 0,2	58,1 ± 0,4	44,0 ± 1,5	71,1 ± 0,8
4	1,03 ± 0,2	25,8 ± 0,5	56,3 ± 0,7	43,5 ± 1,8	69,8 ± 0,9

Tableau 3-6 – Masse volumique, tension de surface et angles de contact des différentes encres sur le PVC calandré et sur le matériau recouvrant le cylindre encreur

Toutes les encres ont des interactions plus fortes avec le support enduit qu'avec le support calandré et ont de faibles interactions avec le cylindre. Pour le calandré, les interactions sont plus fortes avec l'encre 1 et plus faibles avec l'encre 2. Nous nous attendons donc à ce que l'encre 1 s'étale mieux sur le support que l'encre 2. De même, l'encre, quelle qu'elle soit, devrait mieux s'étaler sur le support enduit que sur le support calandré.

Nous pouvons également déterminer l'évolution de l'angle de contact dans le temps. La Figure 3-54 nous donne cette évolution pour l'interaction entre les encres et le support calandré.

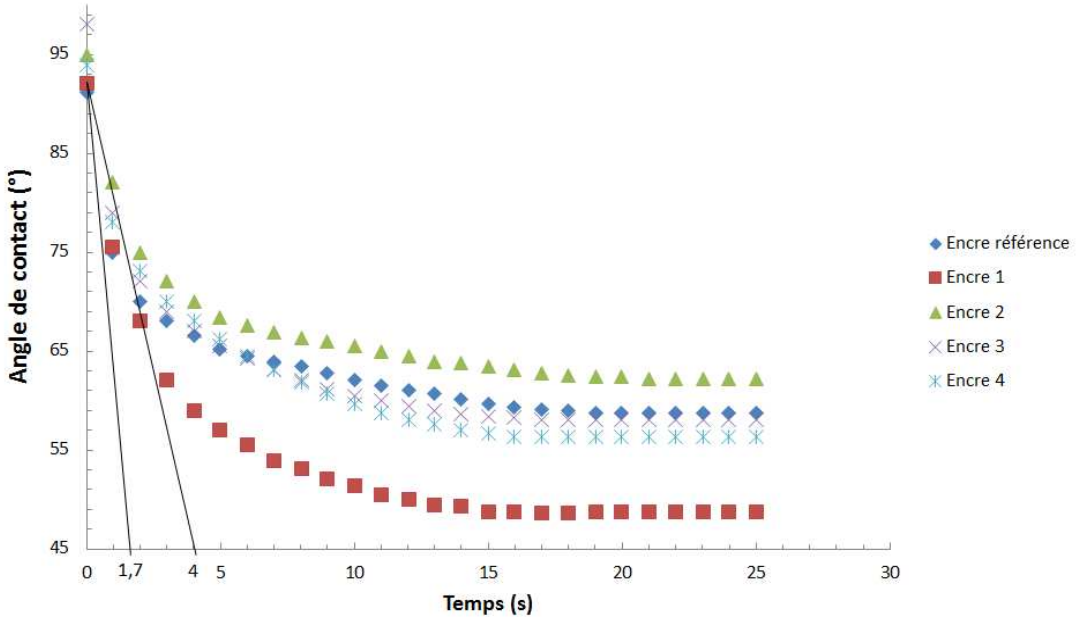


Figure 3-54 - Evolution de l'angle de contact en fonction du temps des différentes encres sur le support PVC calandré

Nous constatons qu'à t = 0 s, les angles de contact sont équivalents, la différence se fait dans le temps, plus ou moins rapidement. Par ailleurs, si l'on détermine le temps caractéristique de chaque courbe, qui est le temps à l'intersection entre la tangente à l'origine et l'asymptote à l'infini, on s'aperçoit que ce temps varie de 1,7 secondes pour l'évolution la plus rapide (encre référence) à 4 secondes pour l'évolution la plus lente (encre 1, qui est celle dont la tension de surface est la plus basse). Ces valeurs sont proches.

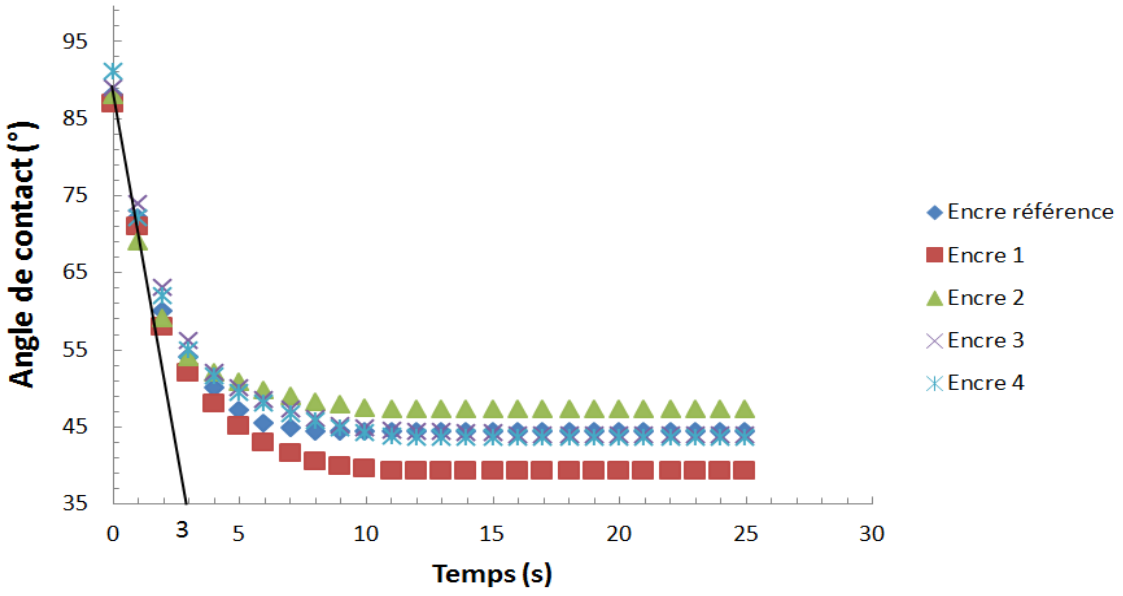


Figure 3-55 - Evolution de l'angle de contact en fonction du temps des différentes encres sur le support PVC enduit

La Figure 3-55 montre l'évolution de l'angle de contact pour le support enduit. Dans ce cas, l'évolution de l'angle de contact est plus lente, mais équivalente pour toutes les encres.

3.2.2.5. Le séchage des encres

Nous l'avons évoqué dans la bibliographie (paragraphe 2.3.5.), le séchage de l'encre est un paramètre susceptible d'influencer la qualité d'impression. Nous avons donc observé le séchage des encres étudiées. Il apparaît que le séchage, quelle que soit l'encre, suit le même mécanisme, décrit Figure 3-56 (encre référence, à température ambiante).

Premièrement, nous observons que le diamètre de la goutte ne varie pas (~ 1 mm). Ensuite, nous pouvons voir que les bords de la goutte « s'effondrent » en premier, laissant un dôme au centre de la goutte. Le contour de la goutte sèche en premier : en effet, les particules s'agglomèrent sur les bords, comme cela a été expliqué en 2.3.5. Le solvant constitue le dôme, qui s'évapore progressivement. Au bout de 13-14 minutes, l'encre est sèche. Nous constatons ici une différence avec la bibliographie. En effet, il est expliqué que le centre de la goutte « s'effondre » en premier dans le cas d'une encre. Or, dans notre cas, c'est d'abord le contour, du fait de l'agglomération des différentes particules (pigments notamment).

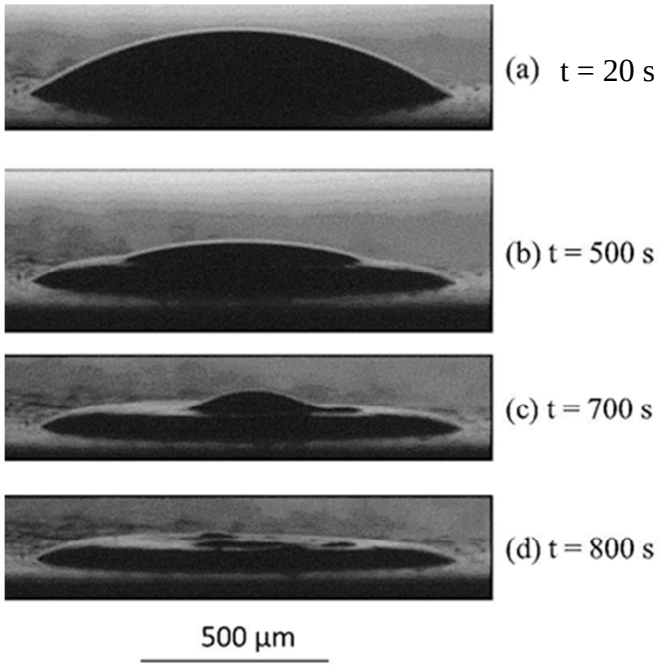


Figure 3-56 - Séchage des encres étudiées – Mécanisme à température ambiante

3.2.3. Les interactions encre/support

Comme nous l'avons expliqué au paragraphe 3.1.2.5.iii., nous n'allons pas déterminer de valeurs inhérentes au support lui-même, mais nous allons nous concentrer sur les interactions entre les différentes encres et le support (introduites par la valeur de l'angle de contact au paragraphe précédent), par la mesure du travail d'adhésion. La Figure 3-57 présente l'évolution du travail d'adhésion entre les différentes encres.

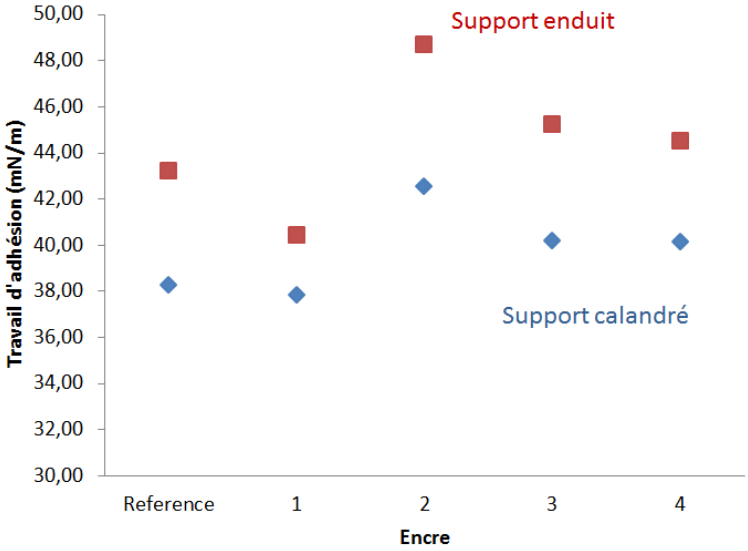


Figure 3-57 – Travail d'adhésion en fonction de l'encre

Nous notons principalement que le travail d'adhésion est plus faible dans le cas du support calandré, ce qui implique des interactions faibles, au contraire du support enduit, pour lequel les interactions avec les encres sont plus fortes. Nous pouvons donc nous attendre à un étalement de l'encre plus important sur le support enduit par rapport au support calandré.

N.B. : Pour juger de l'aspect hydrophobe ou hydrophile des supports, nous avons déterminé le travail d'adhésion entre l'eau et les deux supports :

- L'eau a un angle de contact de 97° avec le support calandré et donc un travail d'adhésion de 63,9 mJ/m² ;
- L'eau a un angle de contact de 65° avec le support enduit et donc un travail d'adhésion de 103,6 mJ/m².

Cela montre bien les faibles interactions entre l'eau et le support calandré par rapport au support enduit. Par ailleurs, notons que les interactions encre/support sont plus faibles que les interactions eau/support.

3.3. Bilan du chapitre 3

Ce chapitre a permis de mettre en évidence l'ensemble des matériaux et moyens mis en œuvre pour étudier l'imprimabilité des supports PVC Tarkett.

Le procédé d'impression utilisé (sur la ligne pilote) est relativement simple, mais son utilisation nécessite une attention de tous les instants et une précision certaine dans le réglage des paramètres, car un mauvais réglage peut entraîner des complications (rupture du film à imprimer notamment). Si le procédé pilote est simplifié par rapport au procédé utilisé en production (système de récupération d'encre, maintien de la racle, dimensions des cylindres), il offre des résultats satisfaisants et permet d'effectuer des comparaisons des différents paramètres (procédé et matériaux).

Les matériaux utilisés pour les essais d'impression sont les suivants :

- Support PVC calandré, d'épaisseur 0,2 mm, opaque. L'analyse du support a été effectuée par observation au MEB (Supra 40) et par XPS (Thermofischer K-alpha).
- Support PVC enduit, d'épaisseur 1,08 mm, opaque.
- Différentes encres :
    - 1 encre référence, formulée par Tarkett pour sa production ;
    - 4 nouvelles encres, formulées à partir de l'encre référence. Deux de ces encres ont des tensions de surface différentes de celle de l'encre référence et les deux autres encres ont des viscosités différentes. Ainsi, nous pouvons étudier l'influence séparée de ces deux paramètres.

Les encres ont été observées au MEB Supra 40, leur tension de surface et leurs angles de contact avec les supports et le support chromé ont été analysées avec le goniomètre de mouillage, et leur comportement rhéologique a été analysé avec le rhéomètre Anton-Paar MCR 302. Les encres apparaissent comme des fluides structurés, thixotropes, dont le comportement en grandes déformations peut être décrit par une loi de Herschel-Bulkley. Nous avons formulé des encres avec différentes tensions de surface et la même viscosité, et des encres avec la même tension de surface et différentes viscosités.

Par ailleurs, nous avons utilisé, pour quantifier la qualité d'impression, un rugosimètre confocal (Station de Micromesure STIL). Cet appareil permet de faire des mesures en altitude et en intensité. Si les mesures en altitude sont intéressantes pour déterminer l'épaisseur du dépôt d'encre sur le support, ainsi que la rugosité du matériau avant et après impression, les mesures en intensité sont les plus aptes à quantifier la qualité, en mesurant la valeur de l'intensité lumineuse de chaque pixel analysé. Cette méthode est innovante et permettra de comparer l'influence des différents paramètres sur la qualité d'impression et de mettre en avant les paramètres les plus importants et les paramètres ayant une action limitée.

4. Résultats et discussion sur la qualité d'impression

This chapter presents the action of the printing parameters on the quality: printing process, ink properties, substrate properties. Through the quantification method introduced in Chapter 3, we are able to give values to the printing quality, which gives us a quantitative point of view, in opposition to the classical judgment: our eyes. By studying the influence of all parameters, we compare a calendered substrate and a coated substrate.

4.1. Méthodologie des essais d'impressions 99
4.2. Influence des paramètres procédés sur la qualité d'impression 99
4.2.1. La vitesse d'impression 100
4.2.2. La pression du cylindre presseur 105
4.2.3. L'angle de raclage 109
4.2.4. La température de séchage 113
4.2.5. La dimension des cellules 116
4.2.6. Bilan partiel 120
4.3. Influence des propriétés des encres sur la qualité d'impression 124
4.3.1. Le comportement rhéologique de l'encre 124
4.3.2. La tension de surface de l'encre 128
4.3.3. Bilan partiel 132
4.4. Influence des propriétés des supports sur la qualité d'impression 132
4.4.1. L'épaisseur du support 132
4.4.2. La compressibilité / l'état de surface 135
4.5. Bilan du chapitre 4 138

La bibliographie nous a fourni des informations concernant l'influence de nombreux paramètres (procédé, matériaux) sur le transfert d'un fluide sur un support, via une plaque ou une cellule. Cela étant, la plupart des études ont été réalisées à partir du procédé d'enduction, et non d'impression tel qu'il a été présenté dans ce mémoire. Ce paragraphe a pour but d'étudier expérimentalement l'influence des principaux paramètres sur la qualité d'impression.

Dans un premier temps, rappelons que nous avons défini la qualité d'impression précédemment (paragraphe 1.4.) :

- Qualité dite « haute résolution » ou « point par point », lorsque l'on souhaite un motif précis ;
- Qualité dite « all-over » lorsque l'on souhaite un fond uni par exemple.

4.1. Méthodologie des essais d'impression

Les essais d'impression sont effectués selon un protocole défini :

- Préparation des essais :
  - Les supports : les supports nécessaires à l'impression sont préparés par Tarkett dans l'usine de production de Clerveaux, sur les procédés de mise en forme industriels ;
  - Les encres : les encres sont préparées juste avant l'impression, dans l'usine pilote de Wiltz.

- Les essais :
  - Pour effectuer les essais d'impression, il y avait en permanence 3 personnes, afin de s'assurer de l'approvisionnement en encre et de la bonne marche de l'essai (support toujours en tension, notamment) ;
  - Le marquage des zones correspondant à un changement de paramètre spécifique est fait pendant l'essai ;
  - La collecte des échantillons est faite directement sur les bobines d'enroulement : 5 échantillons de films imprimés (format A4) sont prélevés.

- Analyse des échantillons :
  - Première observation des échantillons par microscopie optique ;
  - Essais de rugosimétrie et d'intensité au rugosimètre confocal STIL.
    - Les analyses en altitude et en intensité sont effectuées avec les paramètres suivants, sur cinq plages différentes :
      - Dimensions : 5 x 5 mm
      - Pas : 5 µm

      Ainsi, 10^6 pixels sont analysés.

4.2. Influence des paramètres procédés sur la qualité d'impression

Afin de déterminer l'influence des principaux paramètres procédés sur la qualité d'impression, des essais d'impressions ont été effectués sur le procédé pilote. Nous avons utilisé l'encre référence, sur les supports calandré et enduit.

Rappelons ici les propriétés des matériaux utilisés :

- Encre référence, dont les données rhéologiques sont données Tableau 3-4 ;
- Le support calandré possède une rugosité de 1,20 ± 0,05 µm tandis que celle du support enduit est de 1,73 ± 0.11 µm.

4.2.1. La vitesse d'impression

La vitesse d'impression est un paramètre essentiel en production, car elle assure le débit de matière et ainsi la productivité, mais aussi car la qualité d'impression en est directement et grandement influencée.

4.2.1.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivants :

- Vitesse d'impression : 10, 20 et 30 m/min. Nous notons que 30 m/min est la vitesse limite du procédé pilote
- Angle de raclage : 45° : c'est l'angle usuellement choisi en production. Cet angle permet un raclage efficace en évitant les agrégats d'encre qui peuvent s'intercaler entre la racle et le cylindre encreur.
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa : c'est la pression usuellement choisie en production.
- Température de séchage : 80°C, cette température assure un séchage efficace avant que le support n'atteigne la prochaine tête d'impression ou le procédé permettant le dépôt de la couche d'usure.

4.2.1.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-1 présente les images des supports calandrés et enduits. Les images ont été faites avec le dispositif Keyence VHX-2000.

Dans le cas du support calandré, on note, visuellement, une sensible différence entre les trois échantillons à 10, 20 et 30 m/min. A 10 m/min, l'encre semble s'étaler sur le support de manière plus importante que sur les échantillons à 20 et 30 m/min. Cela confirme la bibliographie, dans laquelle nous avons noté que plus la vitesse est importante, plus le temps de contact entre le support et le cylindre encreur est court. Ainsi, une faible vitesse permet un transfert d'encre plus important.

Par ailleurs, l'encre semble mieux se distribuer sur le support pour l'échantillon à 30 m/min : nous observons la présence de points non-imprimés. Ces points correspondent à l'intersection des cellules du cylindre encreur, comme le présente la Figure 4-2.

Au regard des échantillons, on pourrait penser qu'une faible vitesse mène vers une qualité « all-over » et qu'une vitesse élevée mène vers une qualité « point par point ». Cependant, l'observation n'étant pas un critère objectif d'évaluation de la qualité, les mesures au rugosimètre confocal vont permettre d'apporter une quantification à la qualité d'impression.

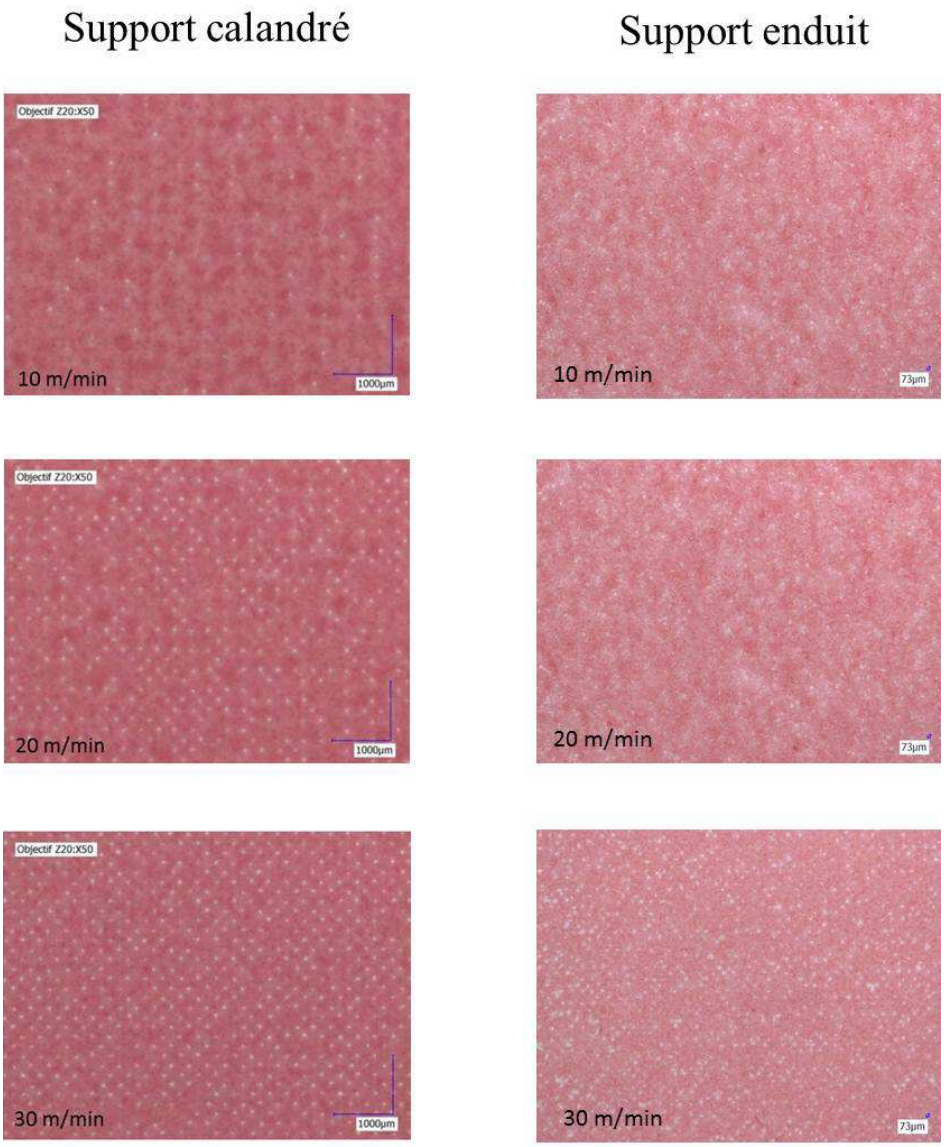


Figure 4-1 - Influence de la vitesse d'impression sur la qualité d'impression, avec des supports calandré et enduit

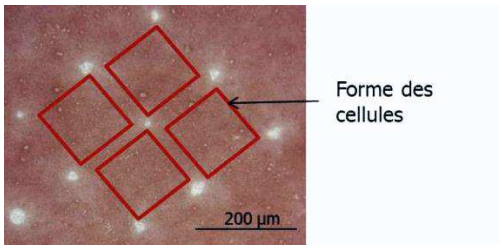


Figure 4-2 – Etalement de l'encre sur le support imprimé, laissant apparaître l'intersection des cellules

Dans le cas du support enduit, l'influence de la vitesse d'impression est moins visible qu'avec le support calandré. Notons que l'encre s'étale mieux sur le support enduit (les mesures d'angle de contact le confirment). On peut néanmoins observer une distribution de l'encre différente sur l'échantillon obtenu à 30 m/min, même s'il est difficile, par l'observation, de

voir une quelconque tendance à s'approcher d'une qualité « point par point ». Par ailleurs, nous notons une nette différence d'intensité de couleur entre les échantillons imprimés sur le support enduit et les échantillons imprimés sur le support calandré. La couleur est plus « claire », cela est certainement dû à l'étalement de l'encre sur le support, induisant une plus faible épaisseur.

4.2.1.3. Influence de la vitesse d'impression sur la rugosité

Les supports n'ont pas la même rugosité avant et après impression. La Figure 4-3 présente l'évolution de la rugosité en fonction de la vitesse d'impression, pour chaque support.

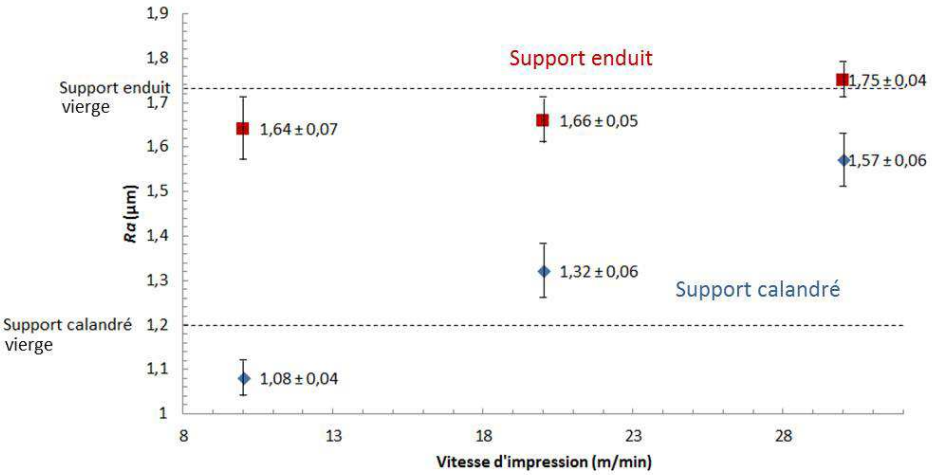


Figure 4-3 - Influence de la vitesse d'impression sur la rugosité, pour les deux supports

Pour chacun des deux supports, *Ra* augmente lorsque la vitesse d'impression augmente. Cela s'explique par l'étalement de l'encre sur le support. En effet, à faible vitesse, nous avons observé (Fig. 4-1) que l'encre est plus étalée sur le support qu'à haute vitesse. Cet étalement homogénéise l'état de surface général du support et ainsi abaisse l'indice de rugosité qui devient même inférieur à l'indice de rugosité du support non-imprimé. Cet indice devient supérieur dès lors que nous avons une vitesse d'impression élevée, car la tendance vers le « point par point » implique une variation d'épaisseur entre les zones imprimées et les zones non-imprimées plus importante.

Par ailleurs, nous remarquons que l'évolution de *Ra* est plus faible pour le support enduit. L'étalement plus important de l'encre sur le support enduit par rapport au support calandré explique ce fait.

4.2.1.4. Influence de la vitesse sur l'intensité et l'homogénéité

Comme nous l'avons décrit au paragraphe 3.1.3.2., nous traçons la distribution du nombre de pixels en fonction de l'intensité mesurée. Ces courbes sont présentées Figures 4-4 et 4-5.

De ces courbes de distributions, on remarque tout d'abord que l'influence de la vitesse d'impression semble plus marquée sur le support calandré. Par ailleurs, nous devrions avoir, pour le support calandré, au moins pour les échantillons à 20 et 30 m/min, deux pics : un correspondant à la zone imprimée du support et un correspondant à la zone non-imprimée. Or, nous ne voyons ici qu'un seul pic, correspondant à la zone imprimée. Les points non-imprimés du

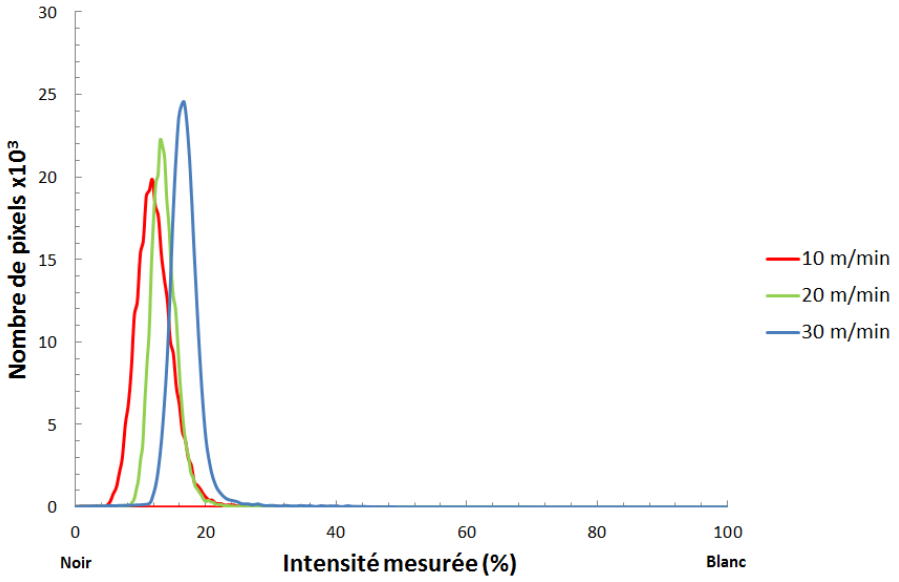


Figure 4-4 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la vitesse d'impression pour le support calandré

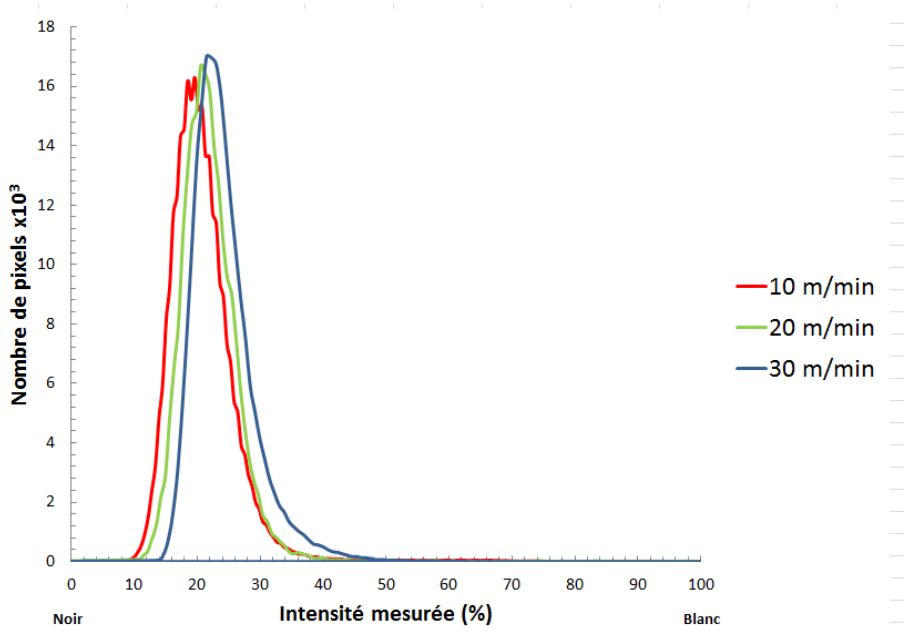


Figure 4-5 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la vitesse d'impression pour le support enduit

support représentent un trop faible pourcentage de la surface pour être observables sur la courbe, comme nous l'avons noté au paragraphe 3.1.3.2.

On calcule ensuite les valeurs d'intensité moyenne et de variance, décrivant l'homogénéité. Les Figures 4-6 et 4-7 présentent l'évolution de ces deux paramètres en fonction de la vitesse d'impression.

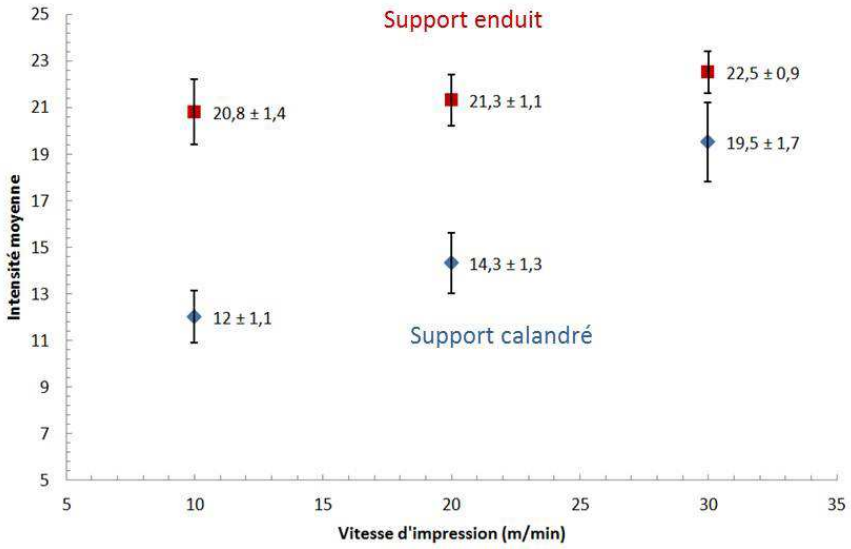


Figure 4-6 - Influence de la vitesse d'impression sur l'intensité moyenne pour les deux supports

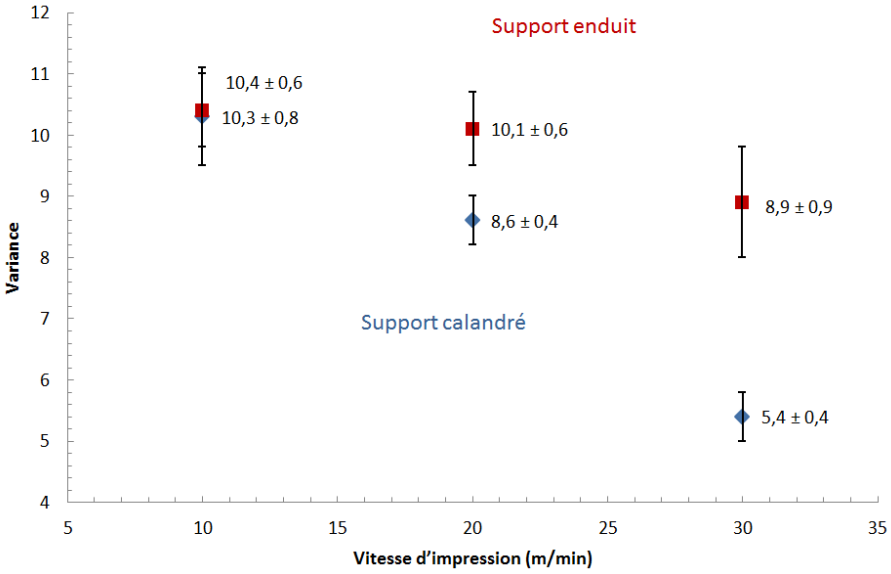


Figure 4-7 - Influence de la vitesse d'impression sur la variance pour les deux supports

Nous observons que plus la vitesse d'impression augmente, plus l'intensité moyenne calculée est importante, ce qui signifie que la couleur paraît plus « claire », et ce pour les deux supports. Cela confirme les résultats de la bibliographie (paragraphe 2.3.). En effet, plus la vitesse d'impression est importante, plus le temps de contact entre le support et le cylindre encreur diminue. En conséquence, la quantité d'encre transférée diminue. Lorsque cette encre s'étale sur le support, son épaisseur est donc plus faible pour l'échantillon obtenue à 30 m/min par rapport à ceux obtenus à 20 et 10 m/min. Par ailleurs, les observations faites à partir de la Figure 4-1 sont confirmées, à savoir que les échantillons enduits imprimés apparaissent plus « clairs » que les échantillons calandrés, du fait d'une interaction différente entre l'encre et le support (angles de contact).

Concernant l'homogénéité de la couleur, nous pouvons remarquer que la variance est plus faible sur les échantillons obtenus à plus grande vitesse, ce qui voudrait dire que la couleur est

plus homogène. Ceci va à l'encontre de ce que pourrait laisser penser l'aspect visuel, notamment pour le support calandré imprimé à 10 m/min. En fait, c'est la couleur entre les « points blancs » qui est plus homogène à forte vitesse.

Ces essais sur l'influence de la vitesse d'impression montrent qu'à haute vitesse, on se rapproche d'une qualité « point par point » et d'une couleur de plus en plus homogène dans le cas du support calandré. Dans le cas du support enduit, nous sommes manifestement plus éloignés d'une situation de « point par point » qu'avec le support calandré.

Malheureusement, il n'a pas été possible d'effectuer des essais à plus grande vitesse, le procédé utilisé étant limité en vitesse à 30 m/min. De même, en production, la vitesse d'impression est elle-même limitée, non pas par le procédé lui-même, mais par le procédé qui suit l'impression, le plus souvent le dépôt d'une couche d'usure.

4.2.2. La pression du cylindre presseur

La pression du cylindre presseur est le deuxième paramètre que l'on peut contrôler en impression par héliogravure. Ce paragraphe montre son influence sur la qualité d'impression.

4.2.2.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivants :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1, 0,3 et 0,5 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;

4.2.2.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-8 présente les images des supports calandrés et enduits.

Les premières observations peuvent faire penser que la pression a plus d'impact sur le support calandré, où l'on voit une encre mieux étalée à forte pression qu'à faible pression. Dans un premier temps, on pourrait ainsi penser que, si l'on recherche une qualité « all-over », une augmentation de pression est intéressante, alors qu'une baisse de pression permettrait d'obtenir une qualité « point par point ». Cela dit, une trop forte baisse de la pression peut entraîner une instabilité du contact entre le support et le cylindre encreur, par la création de plis notamment.

Concernant le support enduit, les films imprimés semblent identiques, quelle que soit la pression appliquée. Les mesures au rugosimètre confocal nous donneront plus d'informations.

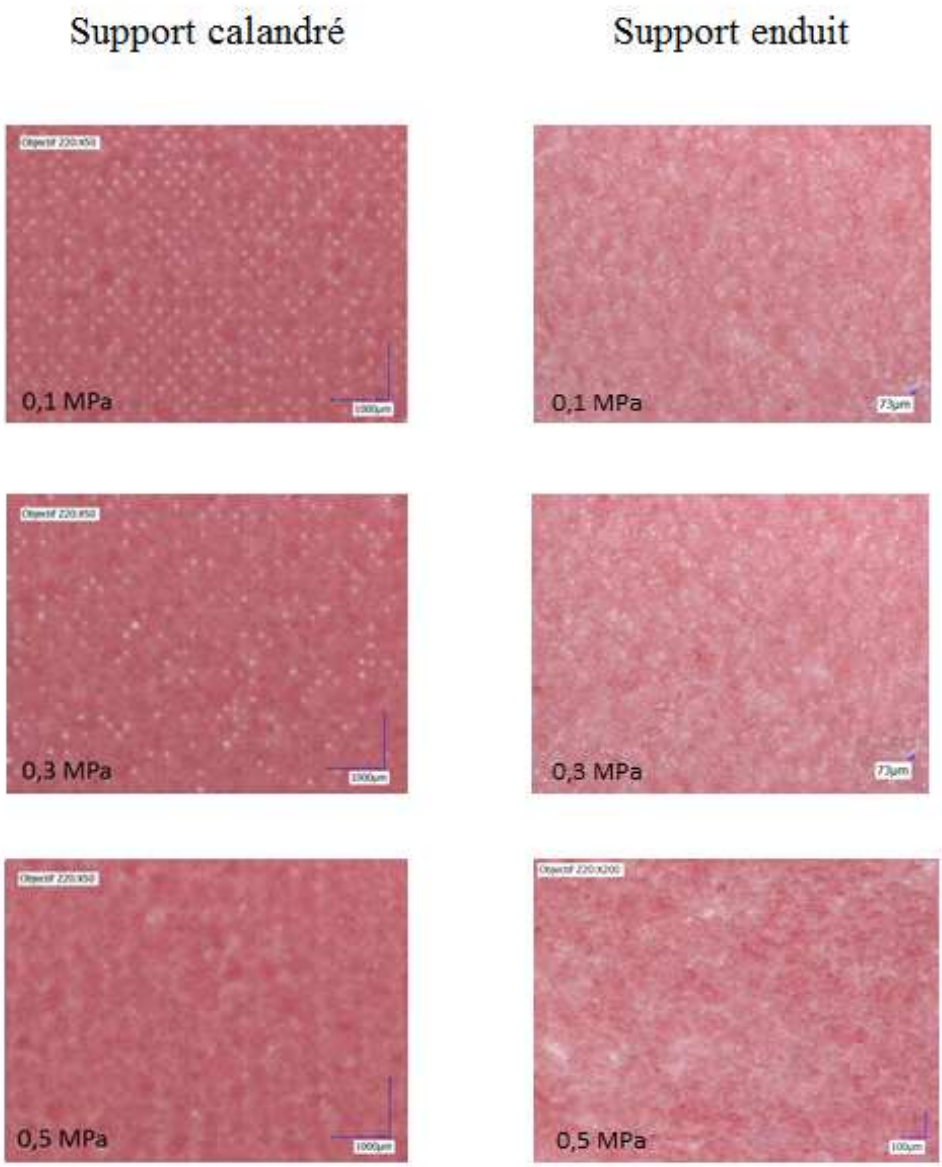


Figure 4-8 - Influence de la pression sur la qualité d'impression, avec des supports calandré et enduit

4.2.2.3. Influence de la pression sur la rugosité

La Figure 4-9 présente l'influence de la pression sur la rugosité *Ra*. Nous avons ici une baisse de l'indice de rugosité lorsque la pression appliquée augmente. Comme pour la vitesse d'impression, un meilleur étalement de l'encre sur le support implique un meilleur « lissage » du film après impression. Ainsi, une augmentation de pression permet d'aller vers une uniformité des aplats avec un support plus lisse. La baisse de rugosité est plus marquée sur le support calandré que sur le support enduit pour lequel la rugosité finale est inférieure à la rugosité initiale.

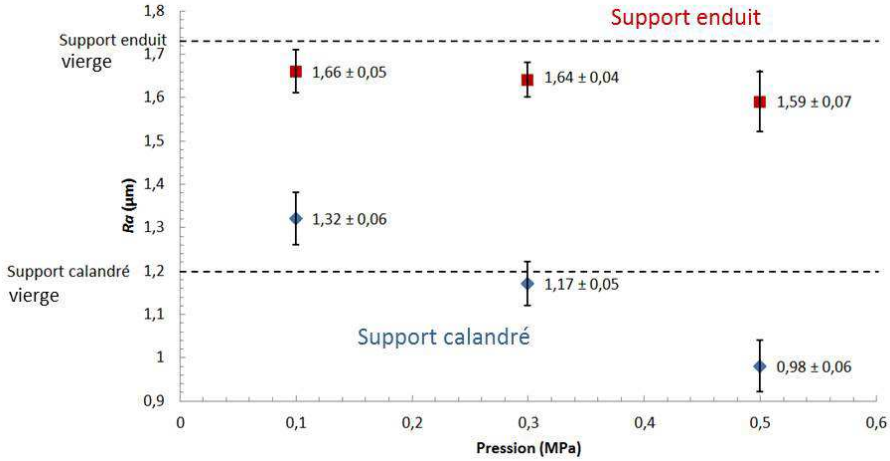


Figure 4-9 - Influence de la pression sur la rugosité, pour les deux supports

4.2.2.4. Influence de la pression sur l'intensité et l'homogénéité

Les courbes de distribution sont présentées Figures 4-10 et 4-11.

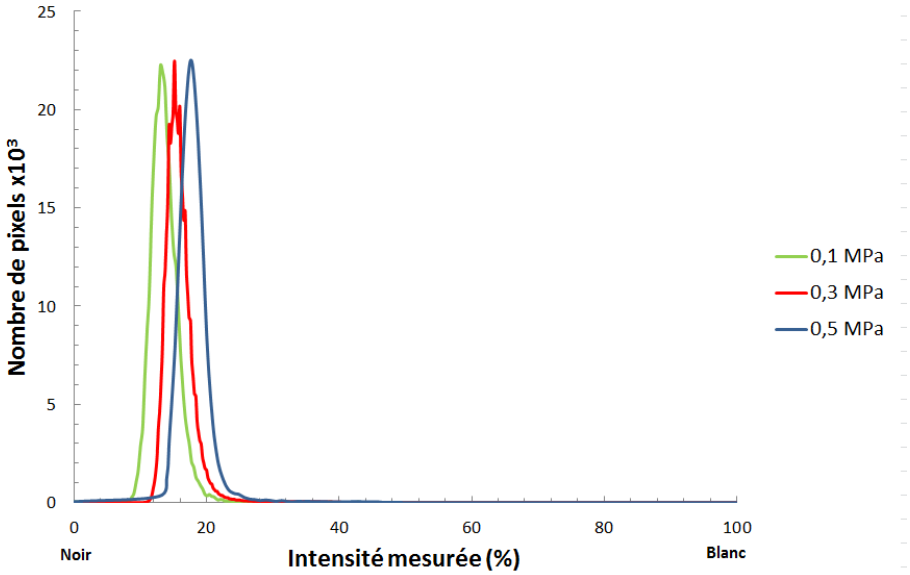


Figure 4-10 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la pression pour le support calandré

Nous notons, pour le support calandré, un décalage entre les trois courbes, signe d'une intensité moyenne différente. Plus la pression augmente, plus la couleur tend vers le blanc. En revanche, les courbes semblent corroborer les observations sur le support enduit, à savoir que la pression n'a qu'une influence minime sur l'impression.

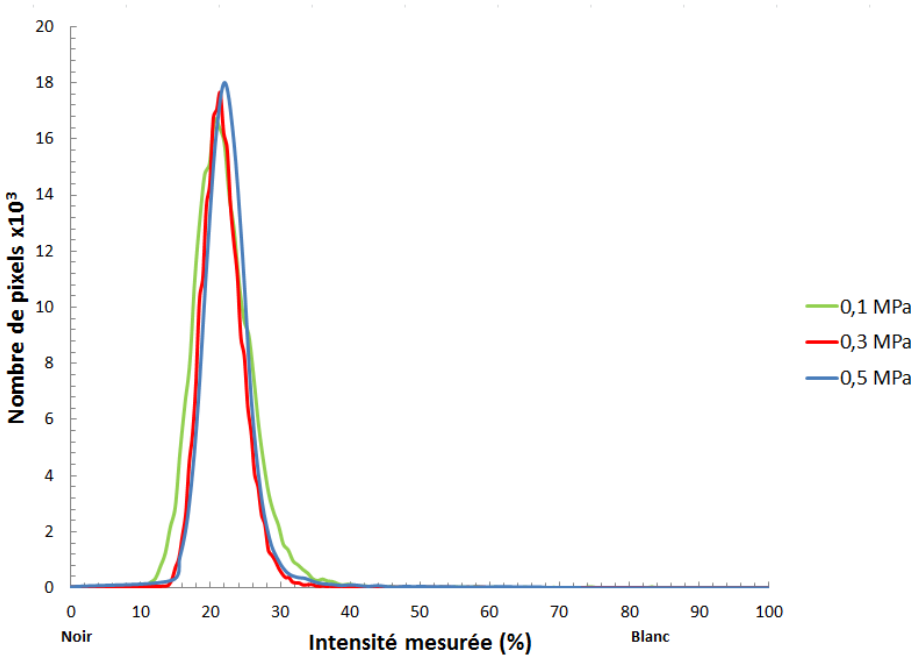


Figure 4-11 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la pression pour le support enduit

Les Figures 4-12 et 4-13 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la pression appliquée.

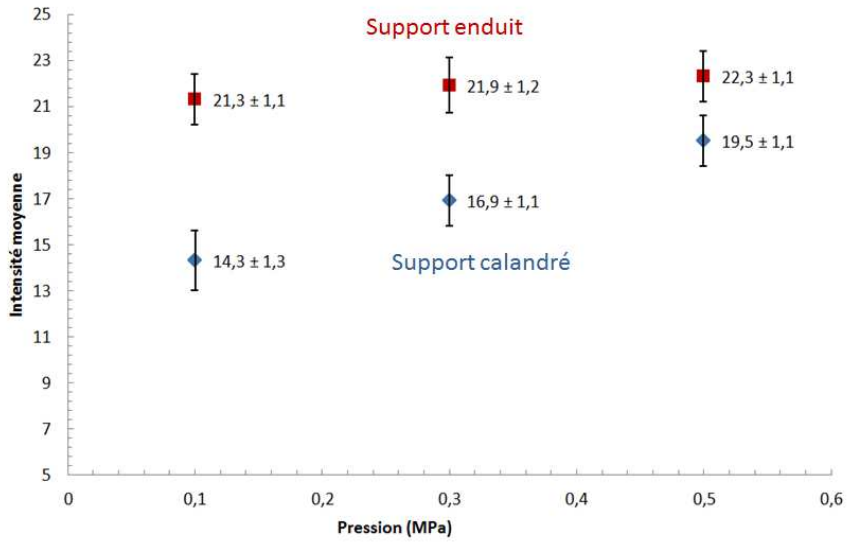


Figure 4-12 - Influence de la pression sur l'intensité moyenne pour les deux supports

Pour les deux supports, l'intensité moyenne augmente légèrement. L'influence est moindre avec le support enduit par rapport au support calandré. Par ailleurs, nous observons que l'homogénéité de la couleur rouge est équivalente pour chacune des pressions utilisées. Il existe en réalité une légère baisse de variance avec l'augmentation de pression, mais ce résultat est à modérer avec l'écart-type. L'influence de la pression n'est réelle que sur l'intensité moyenne pour le support calandré.

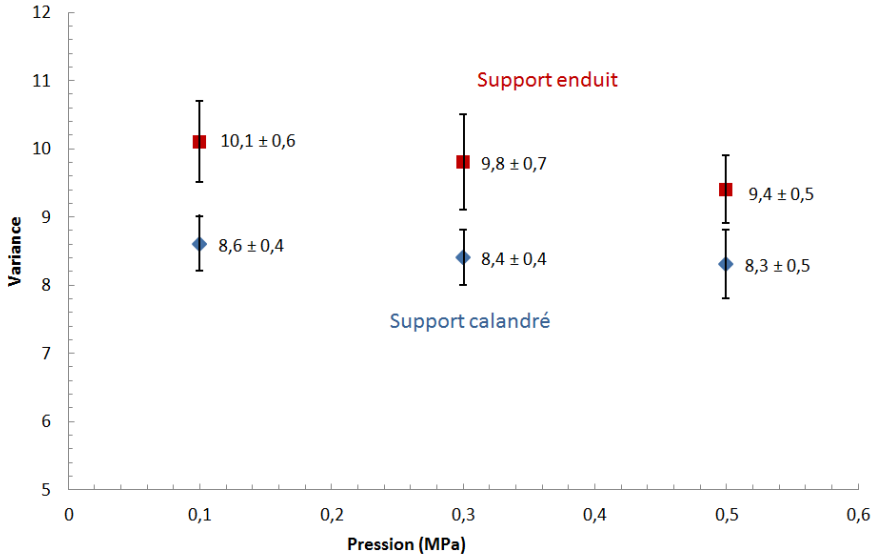


Figure 4-13 - Influence de la pression sur la variance pour les deux supports

4.2.3. L'angle de raclage

4.2.3.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivants :

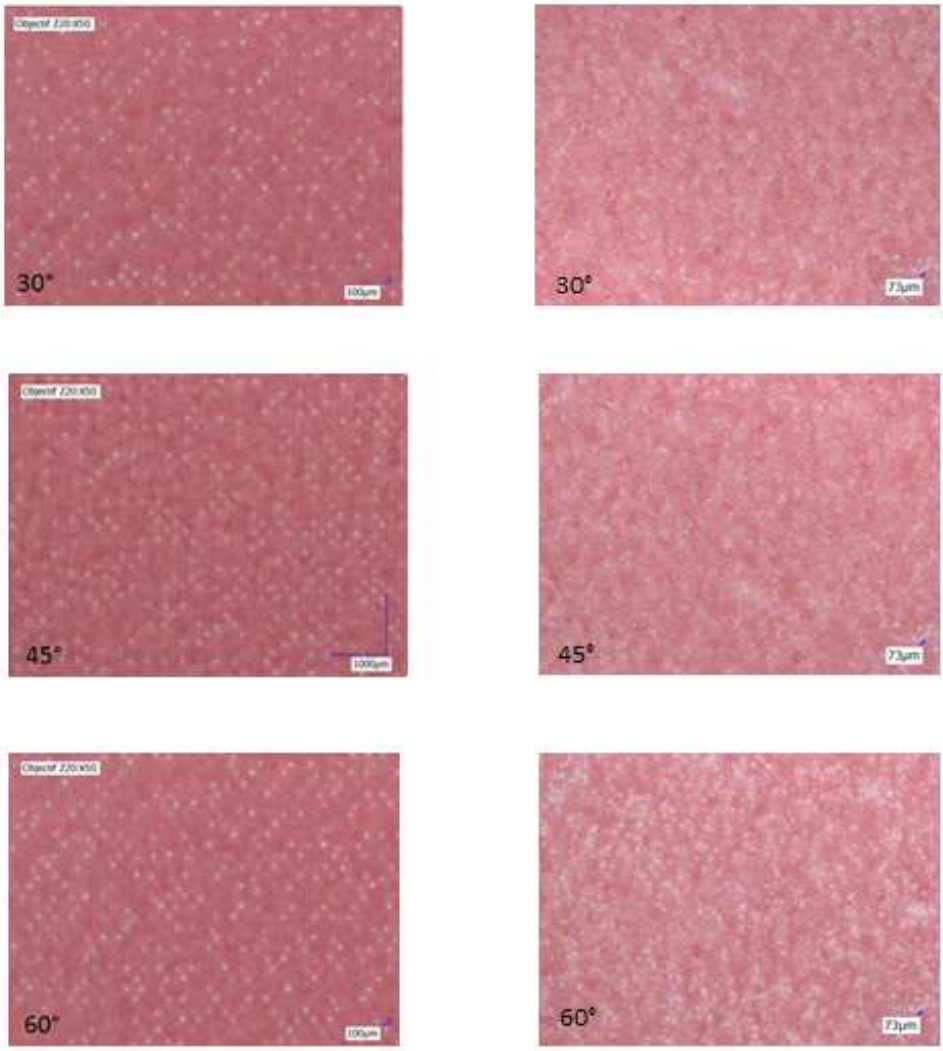
- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 30, 45 et 60° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;

4.2.3.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-14 présente les images des supports calandrés et enduits. Visuellement, nous n'observons pas de sensible différence entre les échantillons, que ce soit sur le calandré ou l'enduit. Nous notons la présence de points non-imprimés et une distribution de l'encre équivalente pour les trois images.

4.2.3.3. Influence de l'angle de raclage sur la rugosité

La Figure 4-15 présente l'influence de l'angle de raclage sur la rugosité *Ra*. La rugosité est constante pour les deux supports, mais supérieure à la rugosité des supports avant impression dans le cas du support calandré et inférieur dans le cas du support enduit. La quantité d'encre restant dans les cellules après raclage ne varie pas ou très peu suivant l'angle de raclage utilisé. En ce sens, l'influence de la rugosité est minime.



(a) (b)

Figure 4-14 – Influence de l'angle de raclage sur la qualité d'impression, avec des supports calandré (a) et enduit (b)

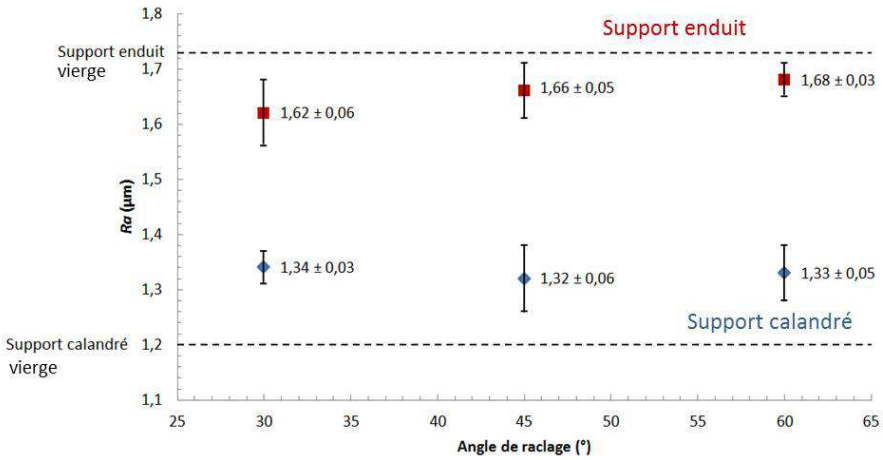


Figure 4-15 – Influence de l'angle de raclage sur la rugosité, pour les deux supports

4.2.3.4. Influence de l'angle de raclage sur l'intensité et l'homogénéité

Les courbes de distribution sont présentées Figures 4-16 et 4-17.

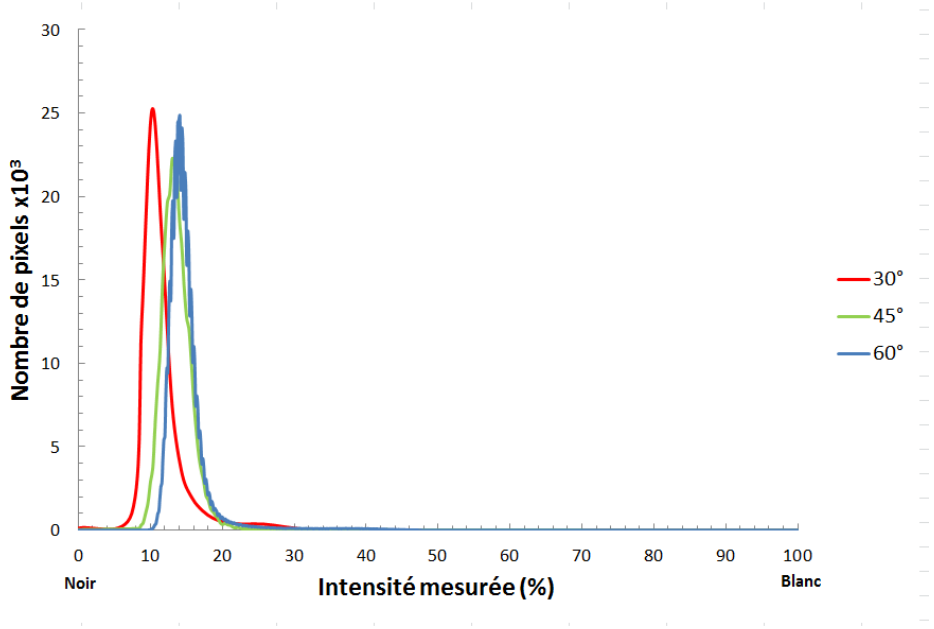


Figure 4-16 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de l'angle de raclage pour le support calandré

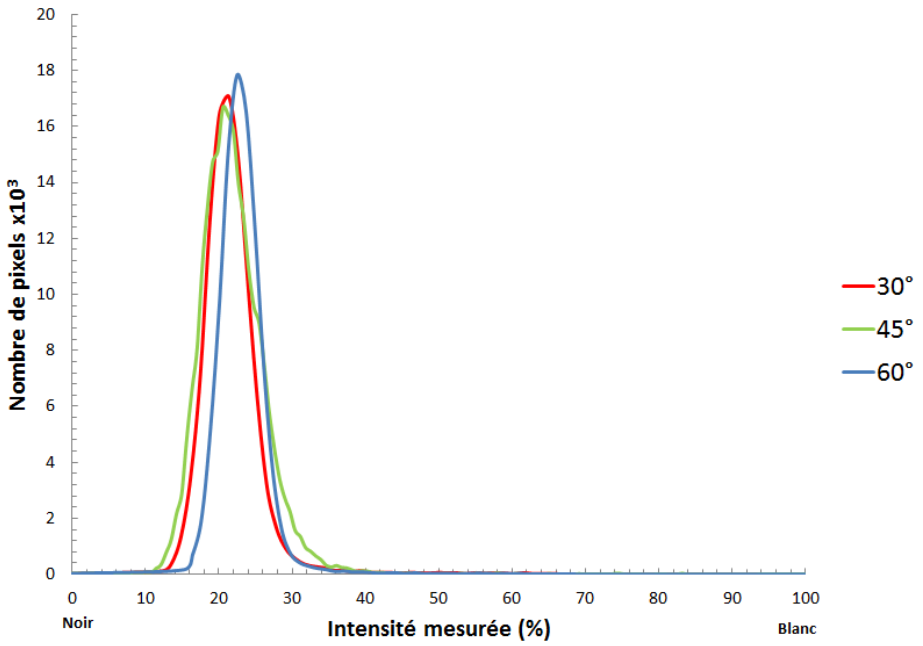


Figure 4-17 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de l'angle de raclage pour le support enduit

Nous constatons que plus l'angle de raclage est élevé, plus l'intensité moyenne est élevée, i.e. la couleur est moins prononcée. L'homogénéité de couleur, quant à elle, semble équivalente dans les trois cas et pour les deux supports.

Les Figures 4-18 et 4-19 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de l'angle de raclage.

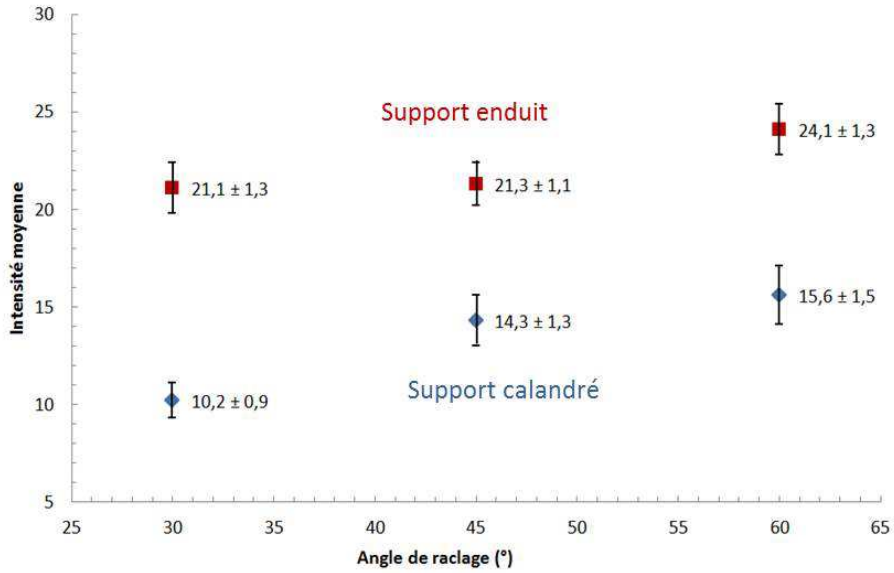


Figure 4-18 – Influence de l'angle de raclage sur l'intensité moyenne pour les deux supports

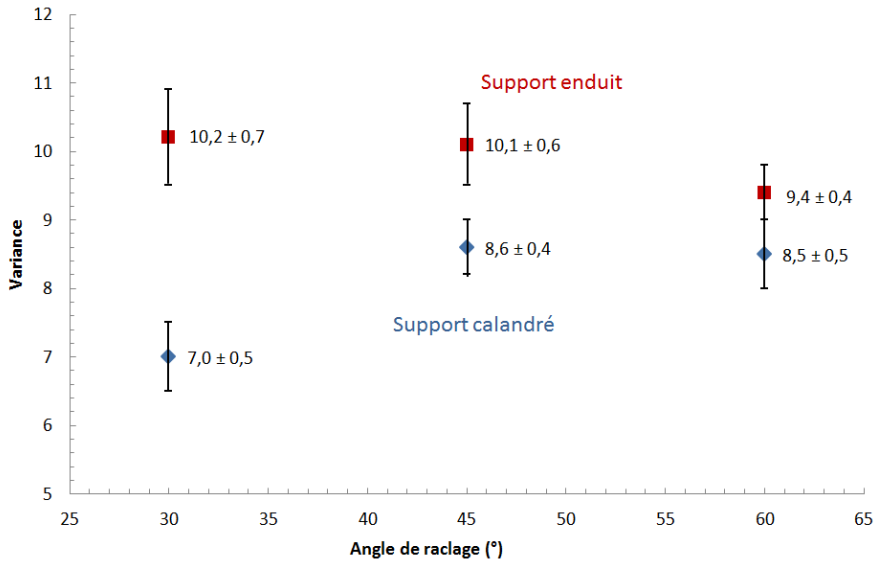


Figure 4-19 – Influence de l'angle de raclage sur la variance pour les deux supports

L'intensité moyenne et la variance démontrent l'influence limitée de l'angle de raclage sur l'impression par héliogravure. Cependant, notons que l'intensité moyenne augmente légèrement avec l'angle de raclage. Cela confirme la bibliographie (paragraphe 2.3.4.), qui affirme que la teinte est plus prononcée à faible angle de raclage.

4.2.4. La température de séchage

4.2.4.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivants :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 50, 80 et 100°C ;

4.2.4.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-21 présente les images des supports calandrés et enduits. Que ce soit pour le support calandré ou le support enduit, on ne note pas de réelle influence de la température de séchage.

4.2.4.3. Influence de la température de séchage sur la rugosité

La Figure 4-20 présente l'influence de la température de séchage sur la rugosité *Ra*.

Une augmentation de la température de séchage n'a pas d'influence sur la rugosité. Cependant, notons que la rugosité après impression du support calandré est supérieure à la rugosité avant impression, tandis que celle du support enduit imprimé est inférieure à celle du support enduit non-imprimé. Si le mécanisme de séchage de l'encre est le même quel que soit le support, le meilleur étalement de l'encre sur l'enduit va « lisser » le support et ainsi faire baisser la rugosité. Dans le cas du support calandré, on retrouve une meilleure distribution de l'encre, avec la présence de points non-imprimés correspondant à l'intersection des cellules (Fig. 4-2).

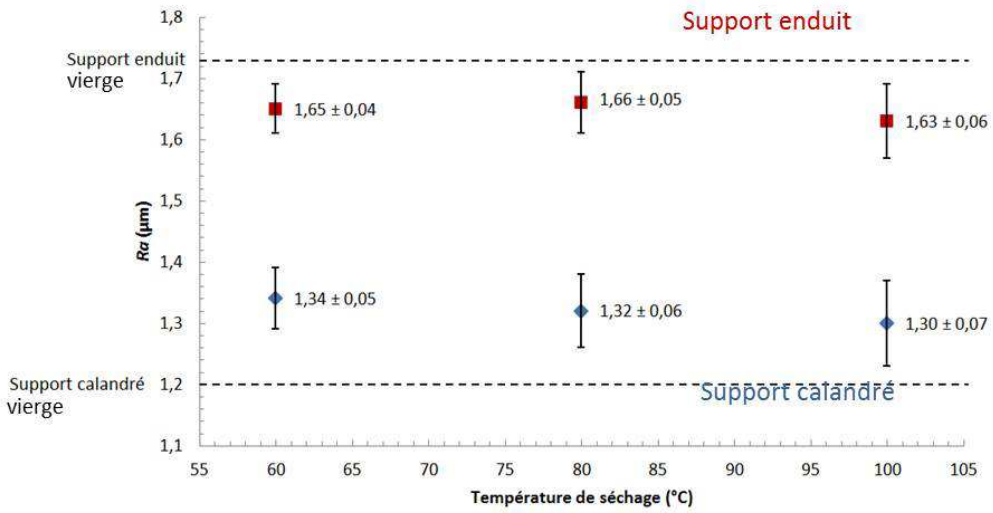


Figure 4-20 – Influence de la température de séchage sur la rugosité, pour les deux supports

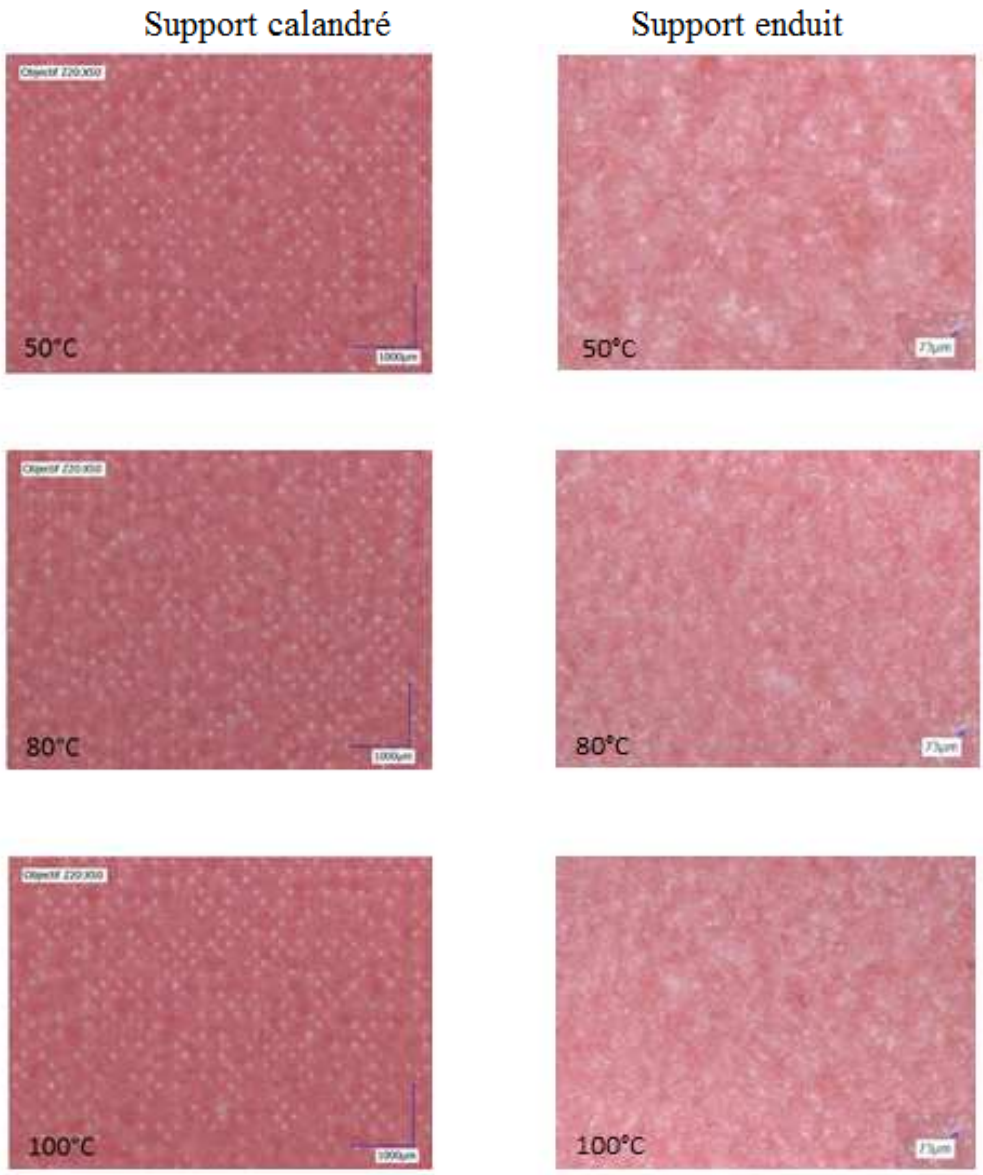


Figure 4-21 – Influence de la température de séchage sur la qualité d'impression, avec des supports calandré et enduit

4.2.4.4. Influence de la température de séchage sur l'intensité et l'homogénéité

Les mesures d'intensité vont dans le sens des observations (Fig. 4-22 et Fig. 4-23). Les courbes de distribution semblent confirmer les premières observations, à savoir que la température de séchage a une influence limitée sur la qualité d'impression.

Les Figures 4-24 et 4-25 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la température de séchage. Les évolutions de l'intensité moyenne et de la variance montrent l'influence quasi-nulle de la température de séchage. Nous devons noter tout de même que la température de séchage ne doit être ni trop faible, pour que le séchage soit complet avant le passage à la tête d'impression suivante, ni trop élevée, surtout dans le cas du support calandré, pour que le support ne casse pas.

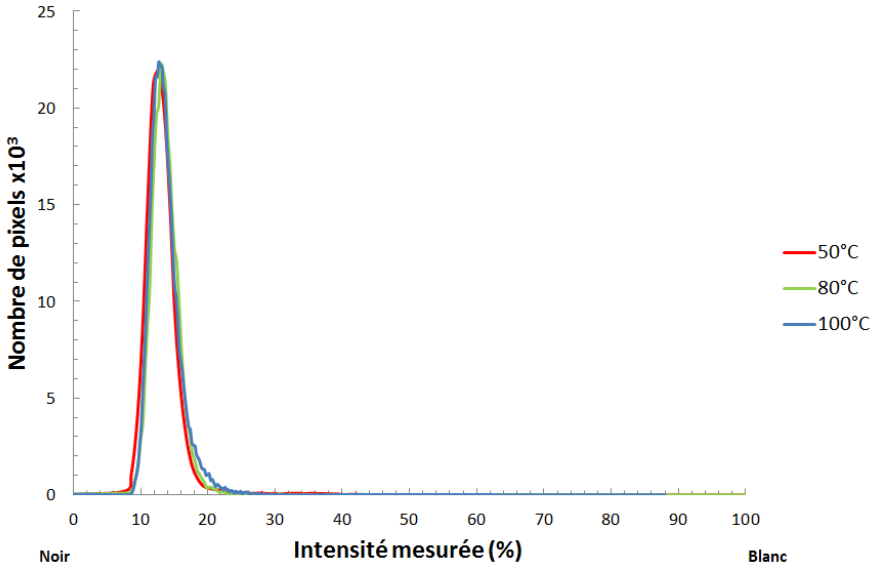


Figure 4-22 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la température de séchage pour le support calandré

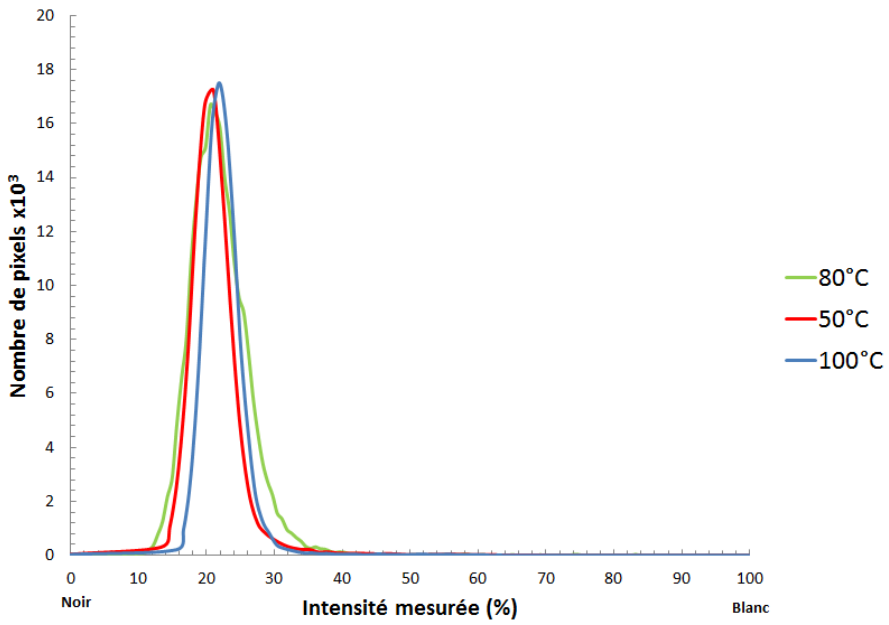


Figure 4-23 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la température de séchage pour le support enduit

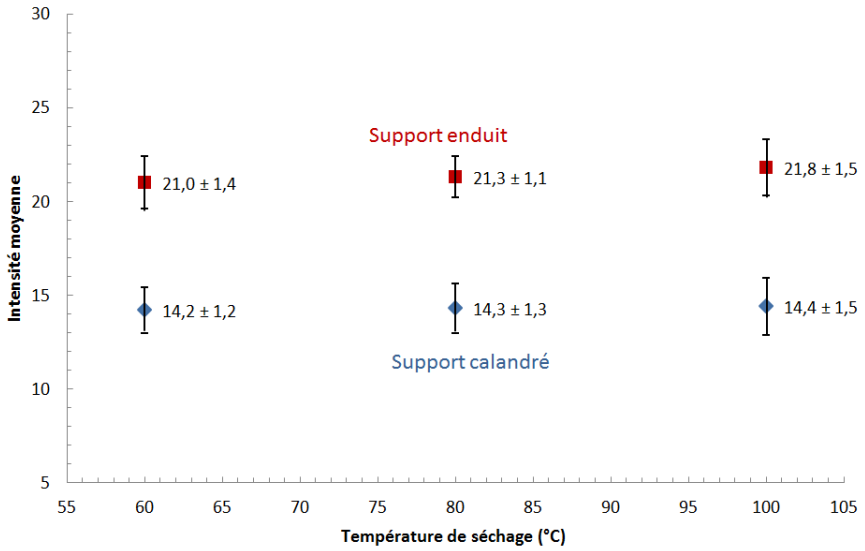


Figure 4-24 – Influence de la température de séchage sur l'intensité moyenne pour les deux supports

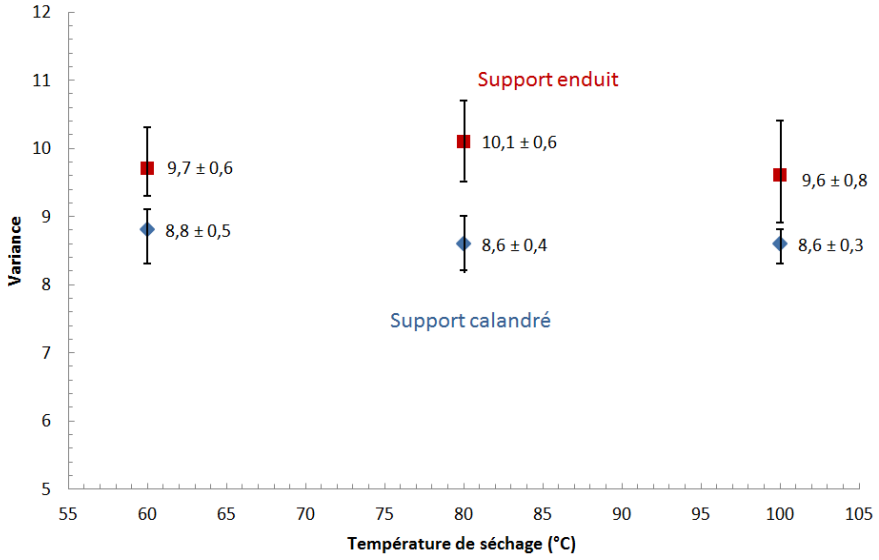


Figure 4-25 – Influence de la température de séchage sur la variance pour les deux supports

4.2.5. La dimension des cellules

Un dernier paramètre procédé a été étudié, il s'agit de la dimension des cellules du cylindre encreur. Nous n'avons pas pu, lors des essais en vitesse sur les deux supports, obtenir une vraie qualité « point par point », à cause de la limite de la machine qui est de 30 m/min (principalement pour le support calandré). Nous pouvons « aider » à l'obtention d'une telle qualité en modifiant la dimension des cellules. Les nouvelles dimensions des cellules sont présentées Figure 4-26.

4.2.5.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivant :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;

- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;

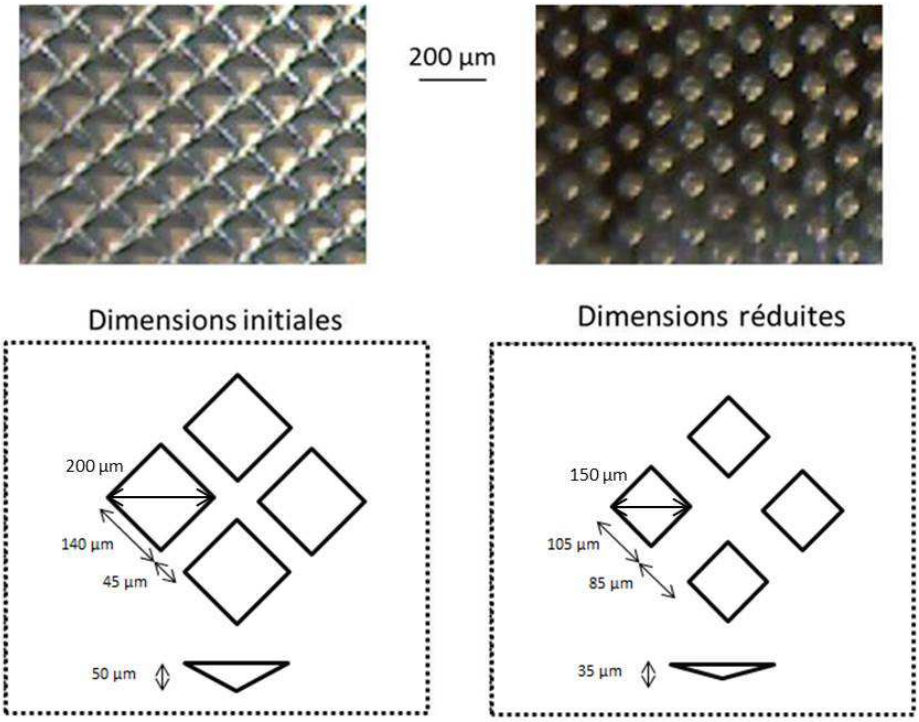
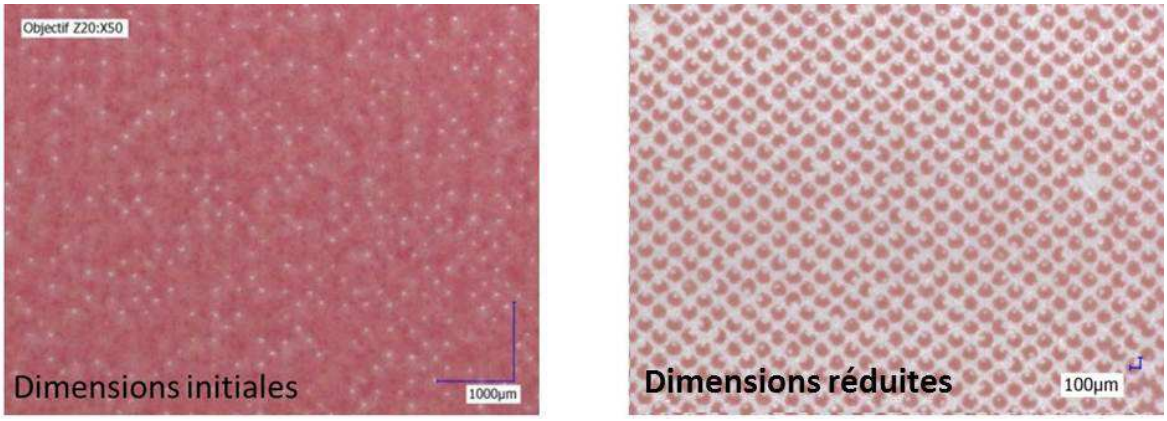


Figure 4-26 – Dimension des cellules utilisées (à droite) en comparaison avec les dimensions des cellules qui ont été précédemment choisies pour les essais (à gauche)

4.2.5.2. Observation des échantillons imprimés

Nous avons regardé l'influence de la dimension des cellules uniquement sur le support calandré. La Figure 4-27 présente les 2 échantillons.



(a) (b)

Figure 4-27 – Photographie d'échantillons PVC calandrés imprimés avec l'encre référence avec (a) les cellules utilisées pour l'ensemble des essais, (b) des cellules plus petites

Nous voyons nettement la différence de qualité en fonction de la dimension des cellules. Avec des cellules de plus petites dimensions (en largeur et en profondeur), nous obtenons presque la qualité « point par point ». On peut toutefois observer sur la Figure 4-27b que certaines cellules ne sont que partiellement imprimées ou que des « trous » non imprimés sont présents.

4.2.5.3. Influence de la dimension des cellules sur la rugosité

La Figure 4-28 présente l'évolution de *Ra* en fonction de la largeur des cellules.

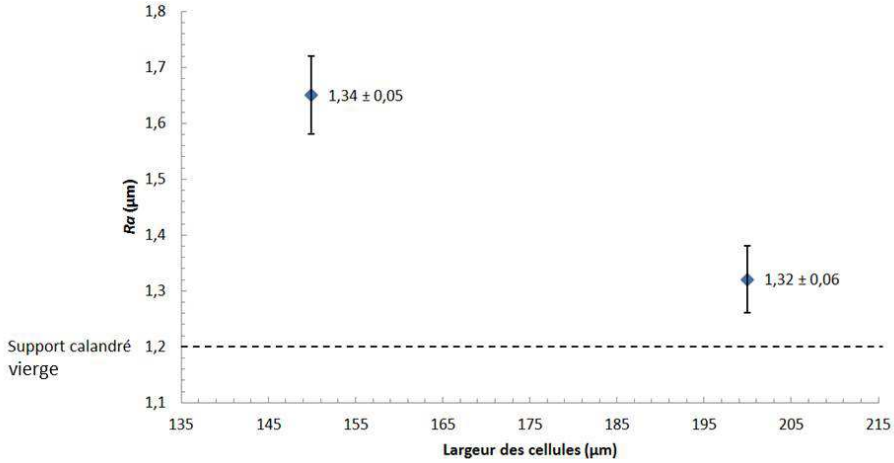


Figure 4-28 – Influence de la largeur des cellules sur *Ra*

La diminution de la largeur des cellules implique une distribution plus ciblée de l'encre sur le support, des zones n'étant pas ou peu atteintes par l'encre. Ainsi, cela augmente la rugosité par rapport à celle du support imprimé avec des cellules plus larges.

4.2.5.4. Influence de la dimension des cellules sur l'intensité et l'homogénéité

Les courbes de distribution en intensité sont présentées Figure 4-29.

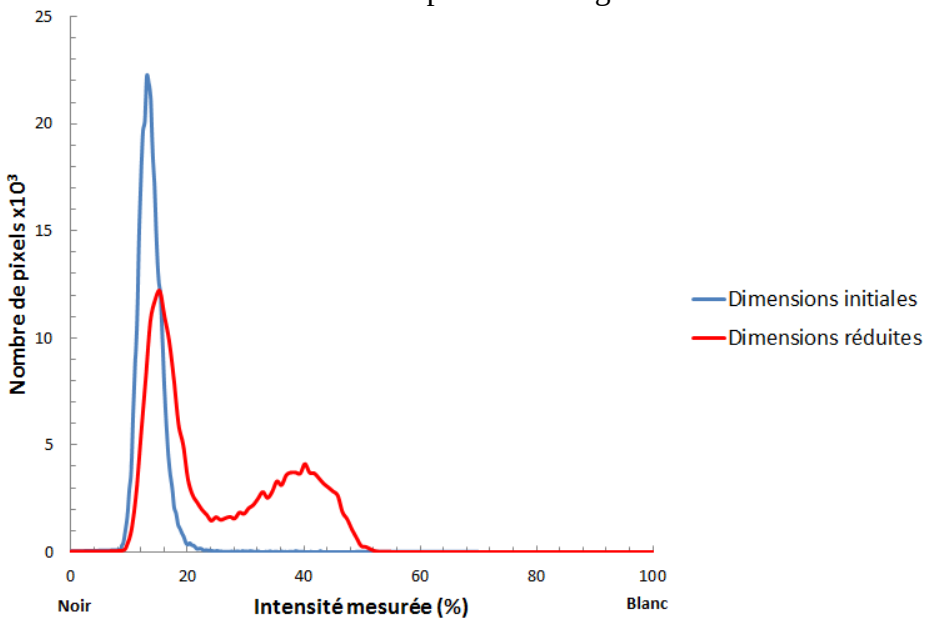


Figure 4-29 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la dimension des cellules

Nous notons, dans un premier temps, l'existence de deux pics d'intensité dans le cas où les cellules sont plus petites.

Pour déterminer l'intensité moyenne et la variance de chaque pic, nous allons modifier les équations (36) et (37), qui deviennent, pour ce cas :

- Pour l'intensité moyenne, qui va donner la « couleur » du support imprimé :

$$\bar{I} = \int_0^{100\%} IE(I)dI = \int_0^{25\%} IE(I)dI + \int_{25\%}^{100\%} IE(I)dI \qquad (35)$$

- Pour la variance, qui va caractériser l'homogénéité de couleur :

$$\sigma^2 = \int_0^{100\%} (I-\bar{I})^2 E(I)dI = \int_0^{25\%} (I-\bar{I})^2 E(I)dI + \int_{25\%}^{100\%} (I-\bar{I})^2 E(I)dI \qquad (36)$$

Nous obtenons ainsi les graphes présentés Figures 4-30 et 4-31.

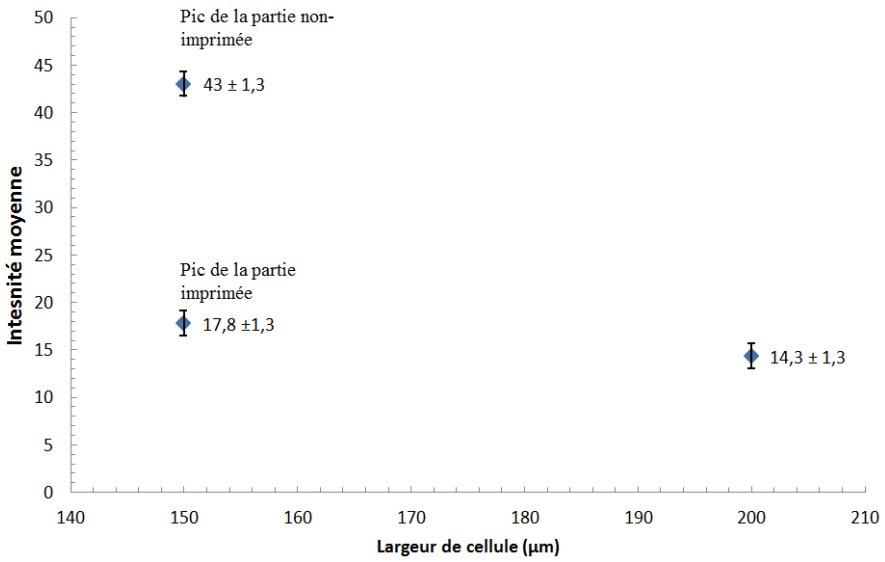


Figure 4-30 – Influence de la dimension des cellules sur l'intensité moyenne – cas d'une situation de » point par point »

Le premier pic, correspondant à la partie imprimée du support, est de la même forme qu'un pic obtenu avec des cellules plus grandes. L'intensité moyenne mesurée est cependant plus élevée car la quantité d'encre transférée est plus faible. Le deuxième pic est quant à lui plus « étalé », ce qui montre que la partie non-imprimée est tout de même partiellement recouverte d'encre.

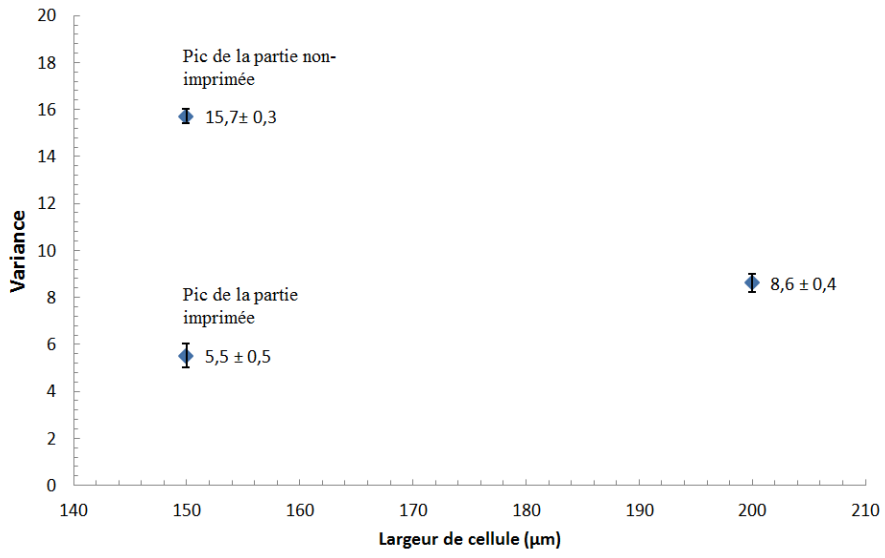


Figure 4-31 – Influence de la dimension des cellules sur la variance – cas d'une situation de « point par point »

4.2.6. Bilan partiel

4.2.6.1. Corrélation entre le jugement par l'œil et les mesures au rugosimètre confocal

La mesure au rugosimètre confocal permet un classement des différentes conditions d'essai, par rapport à l'influence de divers paramètres sur l'imprimabilité du support. Cependant, ce classement correspond-il aux observations faites par l'œil des experts de Tarkett ?

Pour répondre à cette question, il a été demandé à huit experts de Tarkett de noter un ensemble d'échantillons. La notation a ensuite été comparée aux valeurs d'intensité moyenne et de variance. Nous comparons ainsi une estimation subjective (œil) à une mesure objective. Pour cette analyse, trois paramètres procédés ont été analysés, pour les deux supports : la vitesse d'impression, la pression du cylindre presseur et l'angle de raclage.

i. Le système de notation

Sept échantillons ont été observés. Ils recouvrent les paramètres suivants :

- Vitesse d'impression : 10, 20 et 30 m/min ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1, 0,3 et 0,5 Mpa ;
- Angle de raclage : 30, 45 et 60°.

Le Tableau 4-1 présente l'échelle des notes données par les experts, avec, dans la troisième colonne, l'acceptation ou non de l'échantillon à l'échelle industrielle. Les notes vont de 1 à 6, du meilleur au très mauvais. Au niveau industriel, les échantillons classés 5 et 6 seraient rejetés.

Note	Evaluation	Accepté / Non accepté
1	Très bon	Accepté
2	Bon	Accepté
3	Satisfaisant	Accepté
4	Adéquate	Accepté
5	Inadéquate	Non-accepté
6	Mauvais	Non-accepté

Tableau 4-1 – Echelle de notations données par les experts de Tarkett

ii. La corrélation note/mesure

Support calandré

Le Tableau 4-2 présente l'ensemble des notations et des valeurs d'intensité moyenne et de variance pour le support calandré.

La Figure 4-32 montre, quant à elle, l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la note attribuée.

Vitesse (m/min)	Pression (MPa)	Angle de raclage (°)	Note /6	Intensité moyenne	Variance
10	0,1	45	3,8 ± 0,3	12,0 ± 1,1	10,3 ± 0,8
20	0,1	30	2,5 ± 0,5	10,2 ± 0,6	7,0 ± 0,5
20	0,1	45	3,4 ± 0,2	14,3 ± 1,3	8,6 ± 0,4
20	0,1	60	3,2 ± 0,2	15,6 ± 1,5	8,5 ± 0,5
20	0,3	45	3,0 ± 0,4	16,9 ± 1,1	8,4 ± 0,4
20	0,5	45	3,3 ± 0,3	19,5 ± 1,1	8,3 ± 0,5
30	0,1	45	2,2 ± 0,3	19,5 ± 1,7	5,4 ± 0,4

Tableau 4-2 – Notes données par les experts et valeurs d'intensité moyenne et de variance correspondantes pour le support calandré

Nous constatons que, lorsque la note augmente (c'est-à-dire que la qualité est moins bonne), la variance augmente, traduisant que l'homogénéité de la couleur est moins bonne. Nous trouvons donc une corrélation entre la note et l'homogénéité de la couleur, ce qui apporte du crédit à la mesure effectuée. Concernant l'intensité de la couleur, si l'on excepte deux points (note 2,5 et intensité moyenne 19,5 et note 3,3 et intensité moyenne 19,5), nous observons une diminution de l'intensité moyenne avec la notation. Cela signifie que plus l'intensité de la couleur est élevée (c'est-à-dire une couleur tendant vers le clair), plus le jugement sera « négatif ».

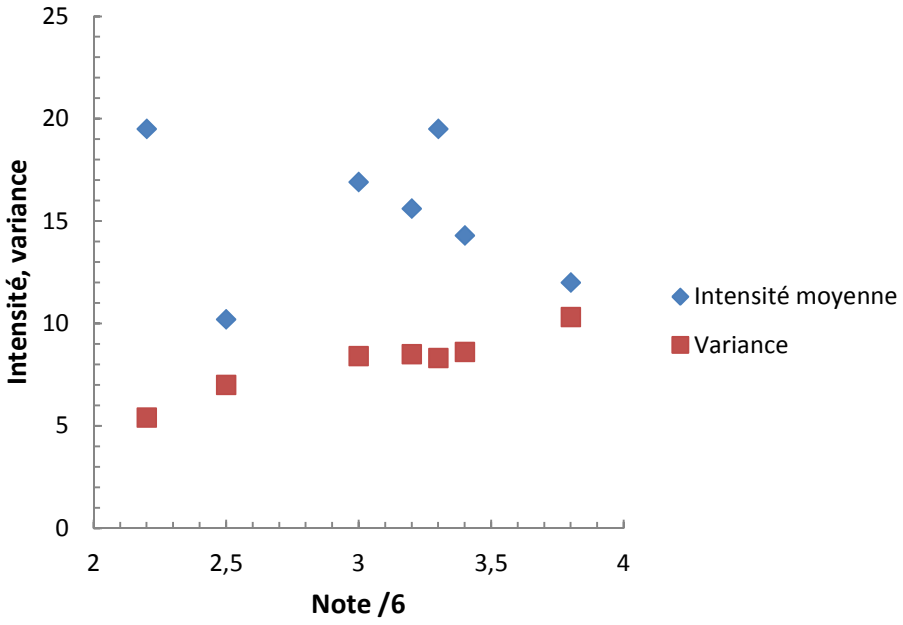


Figure 4-32 – Evolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la note attribuée pour le support calandré

Support enduit

Le Tableau 4-3 présente l'ensemble des notations et des valeurs d'intensité moyenne et de variance pour le support enduit.

Les notes sont meilleures pour le support enduit, car c'est ici la qualité « all-over » qui est recherchée, alors que, pour le calandré, c'est plutôt la qualité « point par point ». Or, il est plus aisé d'atteindre le « all-over » que le « point par point ».

Vitesse (m/min)	Pression (MPa)	Angle de raclage (°)	Note /6	Intensité moyenne	Variance
10	0,1	45	3,5 ± 0,4	20,8 ± 1,4	10,4 ± 0,6
20	0,1	30	2,9 ± 0,1	21,1 ± 1,3	10,2 ± 0,7
20	0,1	45	2,9 ± 0,2	21,3 ± 1,1	10,1 ± 0,6
20	0,1	60	2,6 ± 0,4	24,1 ± 1,3	9,4 ± 0,4
20	0,3	45	3,0 ± 0,5	21,9 ± 1,2	9,8 ± 0,7
20	0,5	45	2,1 ± 0,2	22,3 ± 1,1	9,4 ± 0,5
30	0,1	45	2,8 ± 0,3	22,5 ± 0,9	8,9 ± 0,9

Tableau 4-3 – Notes données par les experts et les valeurs d'intensité moyenne et de variance correspondant pour le support enduit

La Figure 4-33 montre, quant à elle, l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la note attribuée. Nous observons une légère diminution de l'intensité moyenne et

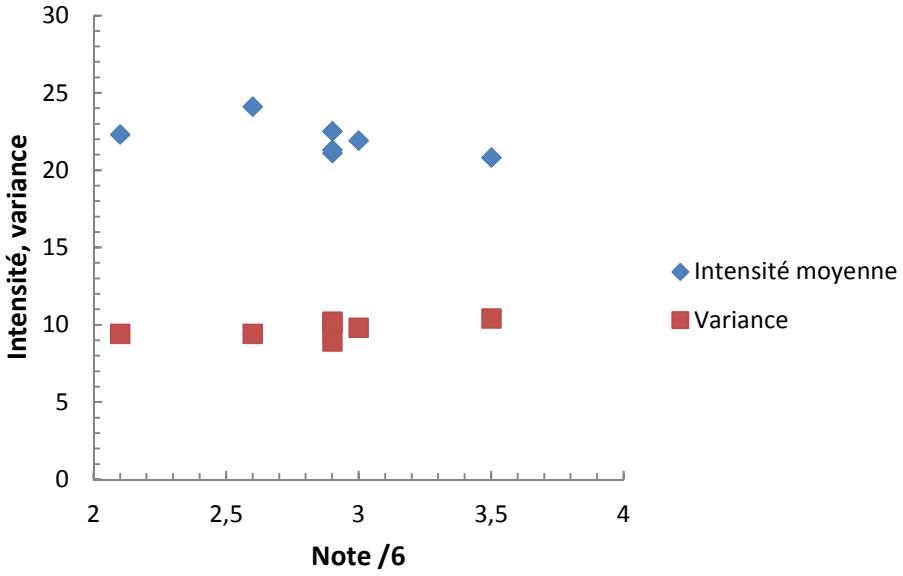


Figure 4-33 – Evolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la note attribuée pour le support enduit

une légère augmentation de la variance avec la note attribuée. On a donc les mêmes tendances que pour le support calandré, sur les corrélations entre note et mesure. On a toutefois ici une variation bien plus faible des données mesurées, alors que l'œil des experts semble voir plus de différences. Il y aurait donc nécessité, pour aller plus loin, de trouver d'autres méthodes de caractérisation ou de définir d'autres paramètres pour quantifier la qualité d'impression.

Quoiqu'il en soit, on peut quand même conclure que les mesures au rugosimètre confocal que nous effectuons sont légitimes et nous pouvons continuer à les utiliser pour l'ensemble de nos échantillons.

4.2.6.2. Bilan sur les paramètres du procédé

L'étude a mis en évidence en premier lieu que le support calandré est le plus sensible aux variations des paramètres procédé. En effet, nous remarquons que la vitesse et la pression exercée par le cylindre presseur ont un impact majeur sur la qualité d'impression. Une augmentation de la vitesse d'impression mène à une qualité « point par point », tandis qu'une hausse de pression mène à une qualité « all-over » (meilleur étalement et meilleure homogénéité). L'angle de raclage agit sur l'intensité moyenne tandis que la température de séchage n'a pas d'influence.

Concernant le support enduit, l'influence des paramètres du procédé est plus limitée. Nous pouvons noter l'influence de la vitesse d'impression, qui permet une meilleure distribution de l'encre quand elle croît. La pression, l'angle de raclage et la température de séchage n'ont qu'une influence très faible.

Par ailleurs, nous avons effectué des essais en utilisant des cellules aux dimensions réduites. Nous avons obtenu, avec le support calandré, une situation proche du « point par point ».

Enfin, nous avons vérifié la légitimité de nos mesures par une comparaison avec l'œil des experts de Tarkett. Cela montre ainsi que nous sommes capables d'apporter une quantification de la qualité d'impression.

4.3. Influence des propriétés des encres sur la qualité d'impression

4.3.1. Le comportement rhéologique de l'encre

Le comportement rhéologique, et principalement la viscosité, a une influence primordiale sur la qualité d'impression. En production, la viscosité est souvent établie de manière à ce que le circuit de pompe ne soit pas encrassé, mais son influence n'a pas été réellement étudiée sur la qualité d'impression.

4.3.1.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivant :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C .

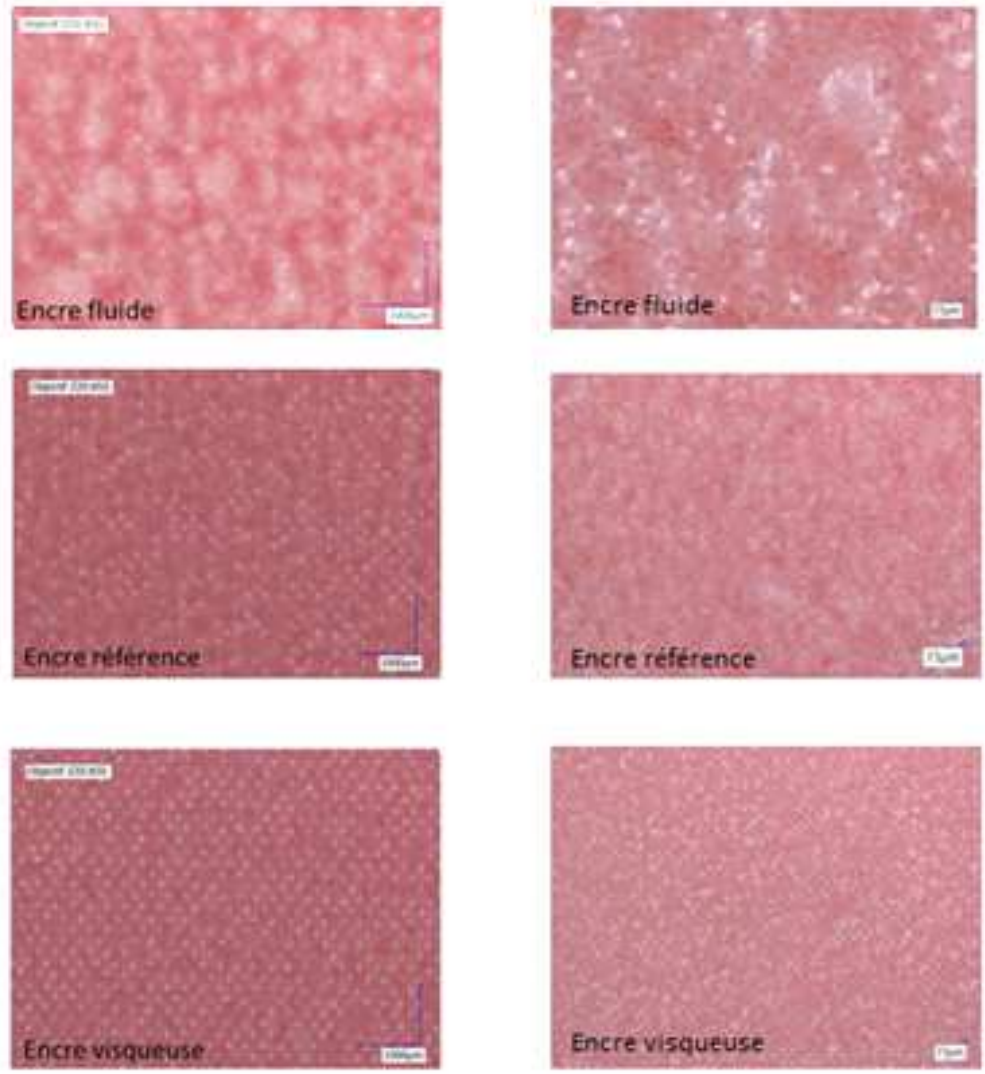
Le comportement rhéologique des encres utilisées pour quantifier l'influence de la viscosité est présenté Figure 3-47. L'encre 3 est donc la plus fluide et l'encre 4 la plus visqueuse. Les données rhéologiques sont présentées Tableau 3-5.

4.3.1.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-34 présente les images des supports calandrés et enduits. La viscosité de l'encre est, avec la vitesse d'impression, le paramètre qui possède le plus d'impact sur la qualité d'impression. Nous observons, sur la Figure 4-32, une sensible différence de qualité selon l'encre que l'on utilise. Avec l'encre fluide, on observe une hétérogénéité de couleur évidente. La qualité d'impression est ici loin de la définition de la qualité optimale. En rajoutant un constituant rhéo-épaississant, on va renforcer les liaisons entre le liant et les pigments, ce qui va permettre une meilleure distribution de l'encre. C'est ce que l'on observe sur l'échantillon imprimé avec l'encre la plus visqueuse. Nous notons que l'échantillon ressemble à celui obtenu lorsque la vitesse d'impression est importante, et ce pour les deux supports.

4.3.1.3. Influence de la viscosité de l'encre sur la rugosité

La Figure 4-35 présente l'influence de la viscosité sur la rugosité *Ra*. Nous constatons que les supports imprimés avec une encre à forte viscosité présentent une rugosité plus importante que les supports imprimés avec une encre à basse viscosité. Cela est expliqué par l'étalement de l'encre, comme pour les paramètres précédents. Dans le cas de l'encre fluide, la rugosité des supports imprimés est plus faible que celle du support non-imprimé.



Support calandré Support enduit

Figure 4-34 – Influence de la viscosité sur la qualité d'impression, avec des supports calandré et enduit

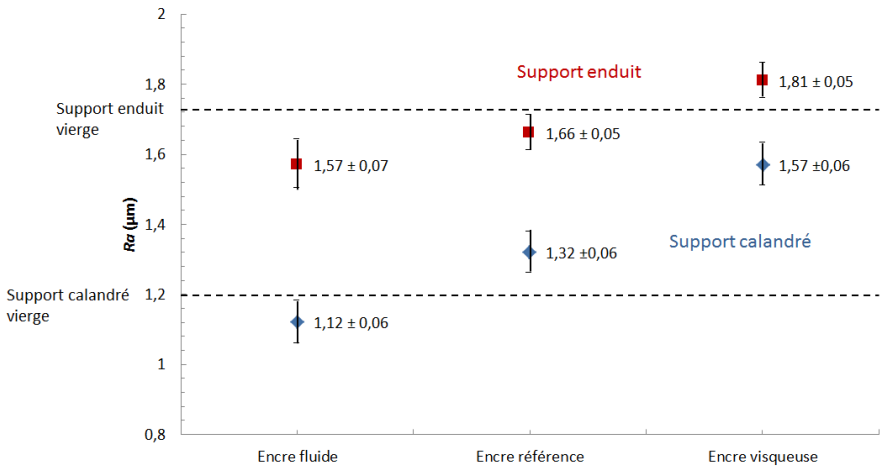


Figure 4-35 – Influence de la viscosité sur la rugosité, pour les deux supports

4.3.1.4. Influence de la viscosité de l'encre sur l'intensité et l'homogénéité

Les courbes de distribution sont présentées Figures 4-36 et 4-37.

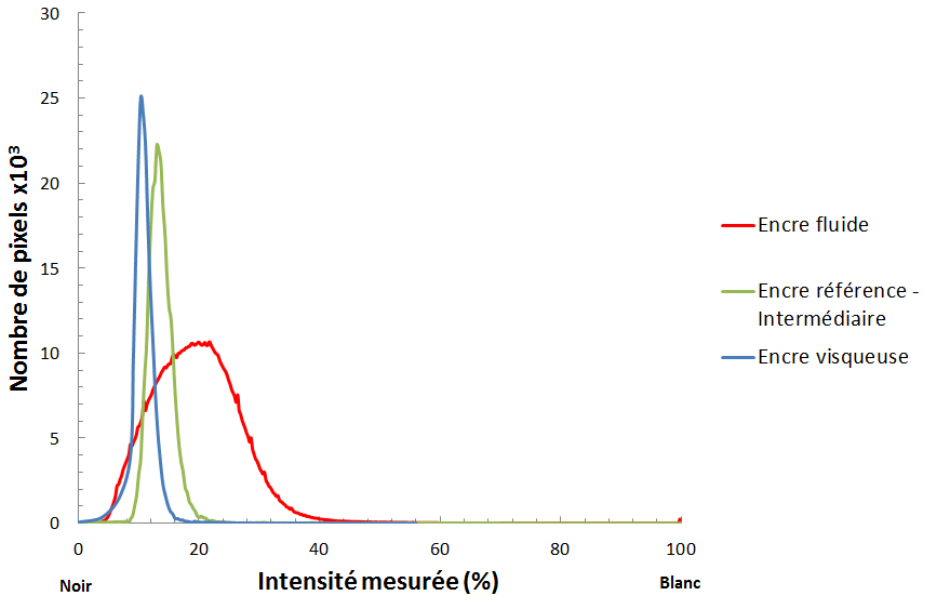


Figure 4-36 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la viscosité pour le support calandré

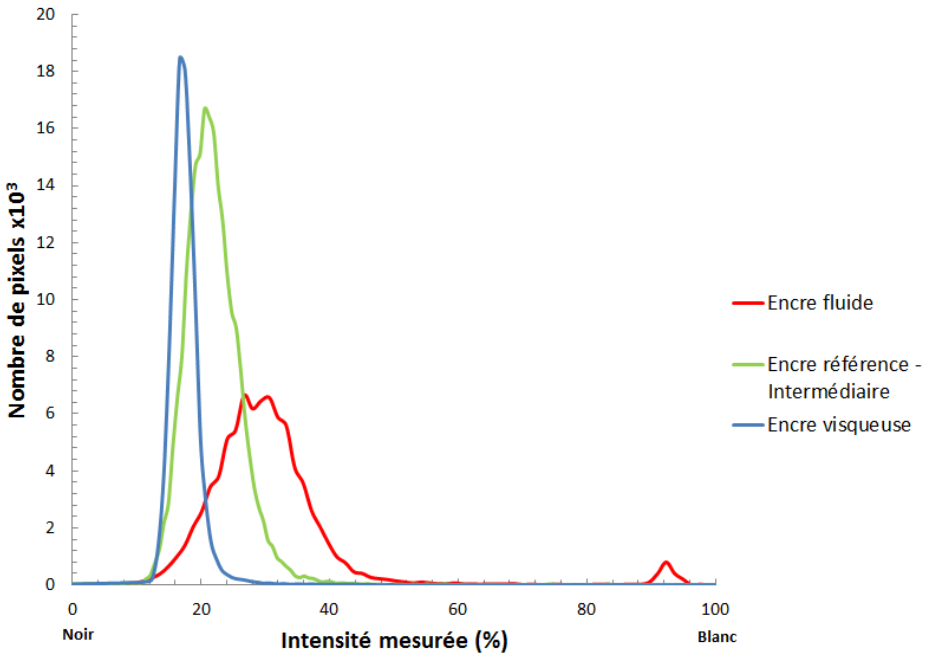


Figure 4-37 – Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la viscosité pour le support enduit

Nous constatons que l'évolution semble identique pour les deux supports, à savoir une intensité moyenne qui diminue et une homogénéité qui s'améliore lorsque la viscosité augmente.

Par ailleurs, nous notons la présence d'un deuxième pic pour l'encre fluide sur le support enduit, signe de la présence d'une zone non ou peu imprimée importante.

Les Figures 4-38 et 4-39 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la viscosité.

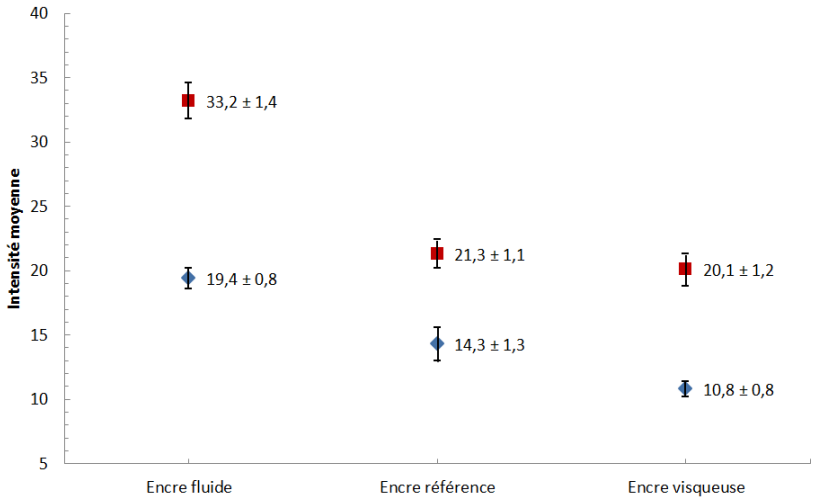


Figure 4-38 – Influence de la viscosité sur l'intensité moyenne pour les deux supports

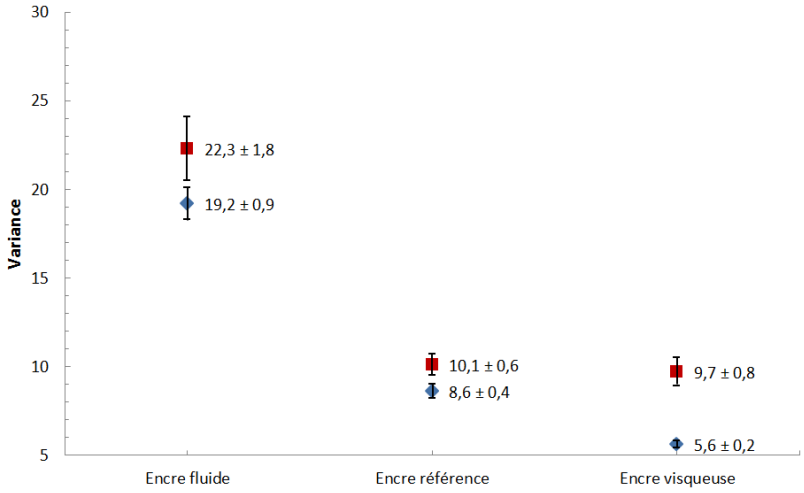


Figure 4-39 – Influence de la viscosité sur la variance pour les deux supports

Nous notons ici une nette différence entre les encres, notamment en ce qui concerne l'encre fluide. L'homogénéité de couleur est mauvaise et sa distribution sur le support est aléatoire. Avec une forte viscosité, l'homogénéité s'améliore nettement. Nous obtenons même la meilleure homogénéité des essais présentés pour le support calandré. Cependant, la qualité « point par point » n'est pas atteinte pour le support calandré, même en augmentant davantage la viscosité. Par ailleurs, si la viscosité est trop élevée cela peut poser des problèmes en production, notamment dans les circuits de pompe et de récupération de l'encre en excès. Avec une viscosité trop élevée, ces circuits peuvent se boucher et bloquer le système. Néanmoins, la viscosité de l'encre reste un paramètre majeur en impression.

4.3.2. La tension de surface de l'encre

La tension de surface est le deuxième paramètre matériau utilisé. A partir de l'encre référence, deux encres ont été fabriquées, les encres 1 et 2 avec des tensions de surface différentes mais la même viscosité. Ici les trois tensions de surfaces testées sont 23, 25 (encre référence) et 29 mN/m.

4.3.2.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivant :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;

Les tensions de surface et angles de contact des deux encres étudiées ici sont présentés Tableau 4-4.

Encre	Tension de surface (mN/m)	Angle de contact sur support calandré	Angle de contact sur support enduit
Reference	25,2 ± 0.4	58,8 ± 1,1	44,3 ± 1,3
1	22,8 ± 0.2	48,7 ± 1,3	39,3 ± 1,5
2	29,5 ± 0.5	62,2 ± 0,9	47,2 ± 1,1

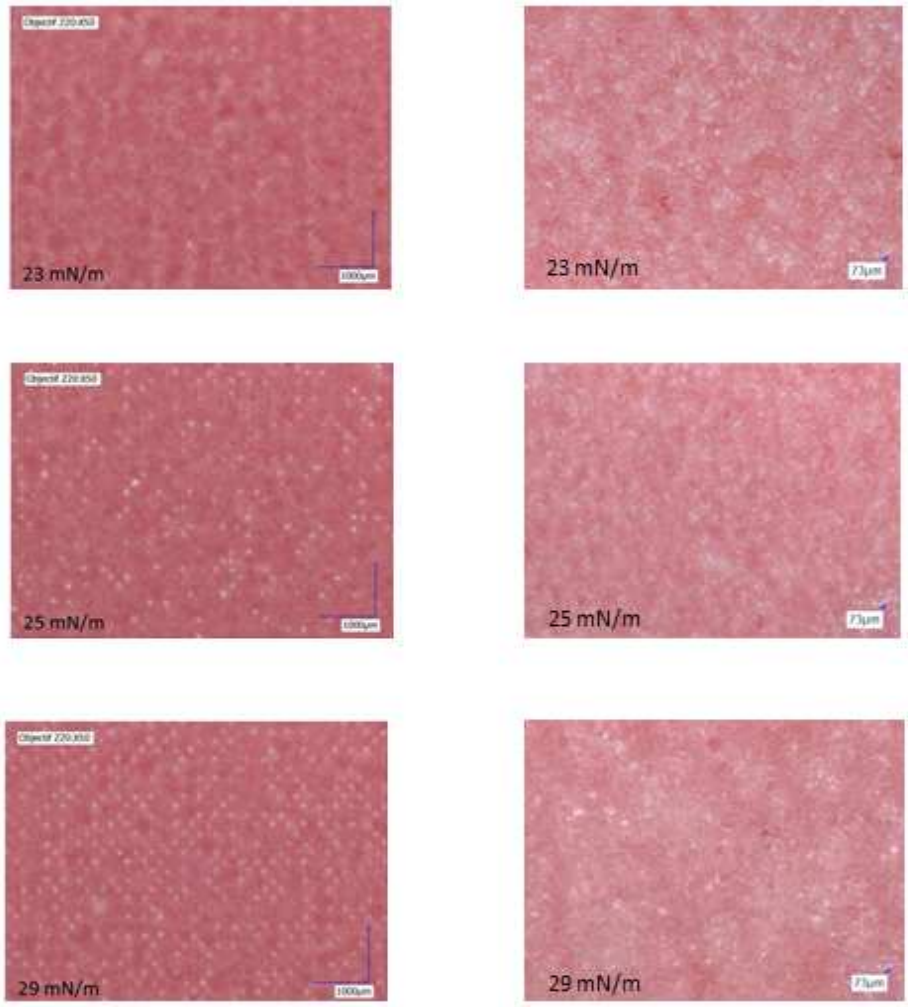
Tableau 4-4 - Tension de surface des encres utilisés pour l'étude et leur angles de contact sur le support calandré et sur le support enduit

4.3.2.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-40 présente les images des supports calandrés et enduits. Si l'influence de la tension de surface semble limitée sur le support enduit, elle semble importante concernant le support calandré pour lequel les interactions semblent plus faibles. La tension de surface agissant sur l'angle de contact, nous voyons que l'encre s'étale plus facilement sur l'enduit.

4.3.2.3. Influence de la tension de surface de l'encre sur la rugosité

La Figure 4-41 présente l'influence de la tension de surface sur la rugosité *Ra*. L'étalement de l'encre étant moins important lorsque l'on augmente la tension de surface, la corrélation avec l'augmentation de la rugosité semble logique.



(a) (b)

Figure 4-40 - Influence de la tension de surface sur la qualité d'impression, avec des supports calandré (a) et enduit (b)

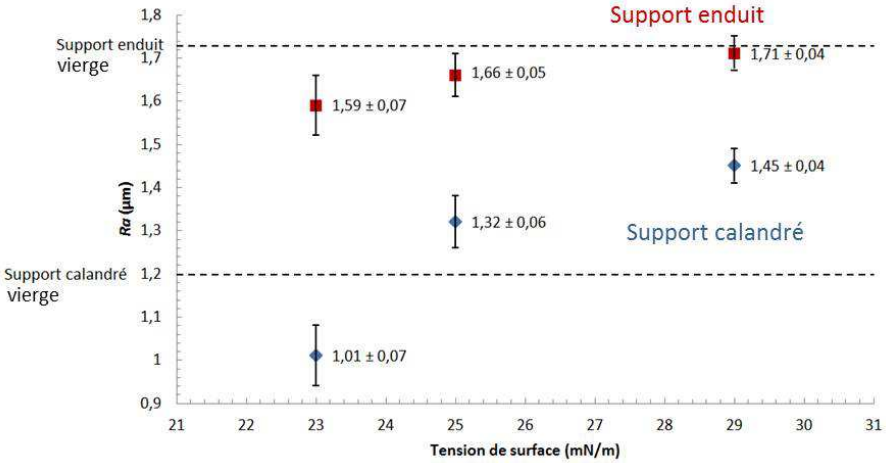


Figure 4-41 - Influence de la tension de surface sur la rugosité, pour les deux supports

4.3.2.4. Influence de la tension de surface de l'encre sur l'intensité et l'homogénéité

Les courbes de distribution sont présentées Figures 4-42 et 4-43. Elles semblent montrer une influence de la tension de surface moindre pour le support enduit.

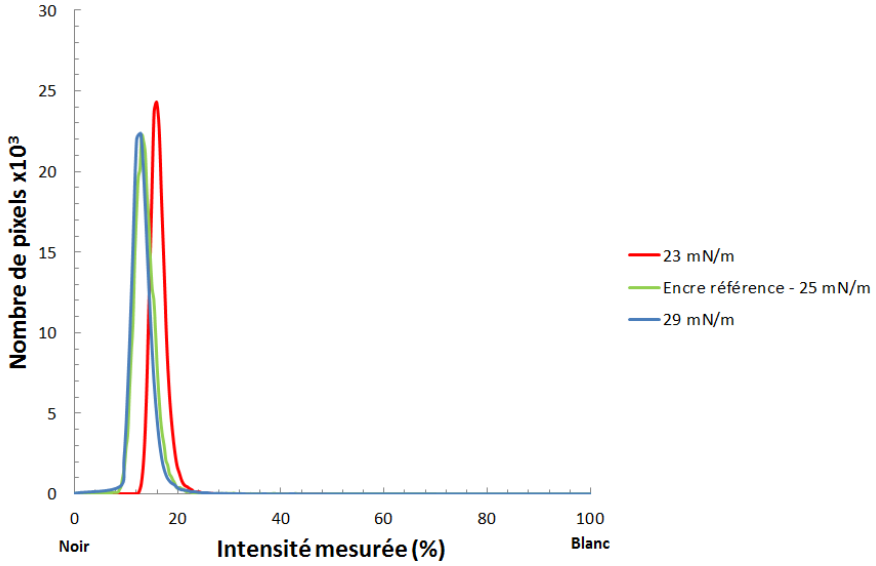


Figure 4-40 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la tension de surface pour le support calandré

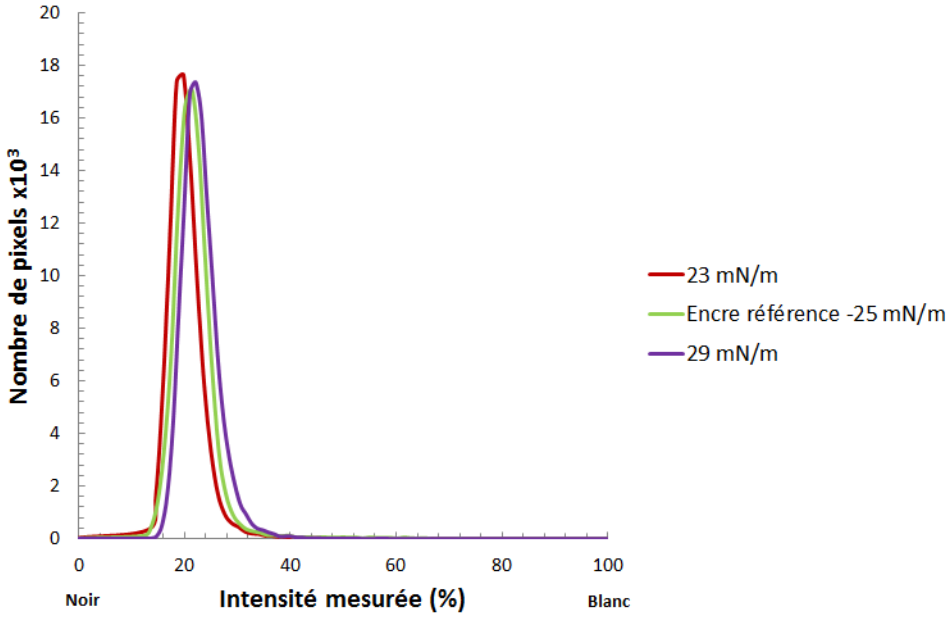


Figure 4-41 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la tension de surface pour le support enduit

Les Figures 4-44 et 4-45 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction de la tension de surface.

La tension de surface agit sur l'intensité moyenne de manière opposée pour les deux supports. On observe une constance pour le support enduit et une diminution pour le support calandré.

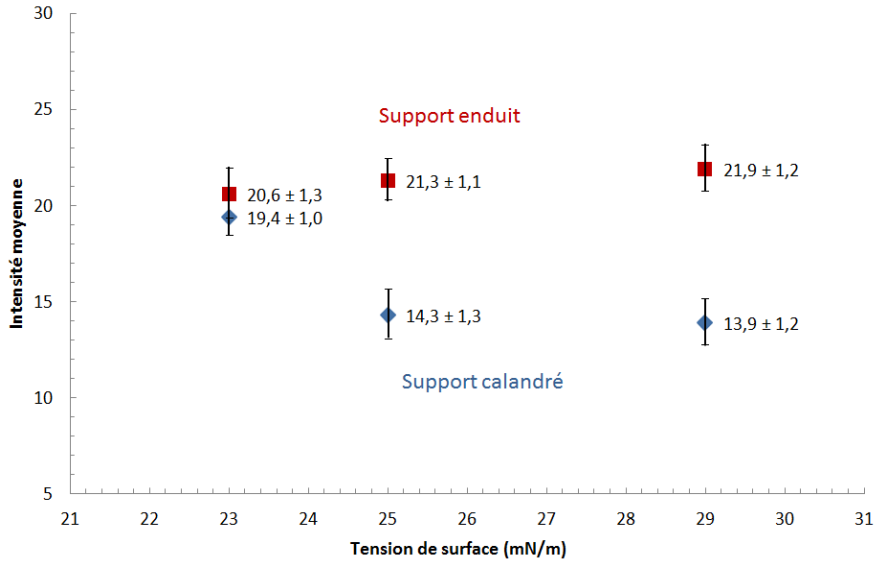


Figure 4-42 - Influence de la tension de surface sur l'intensité moyenne pour les deux supports

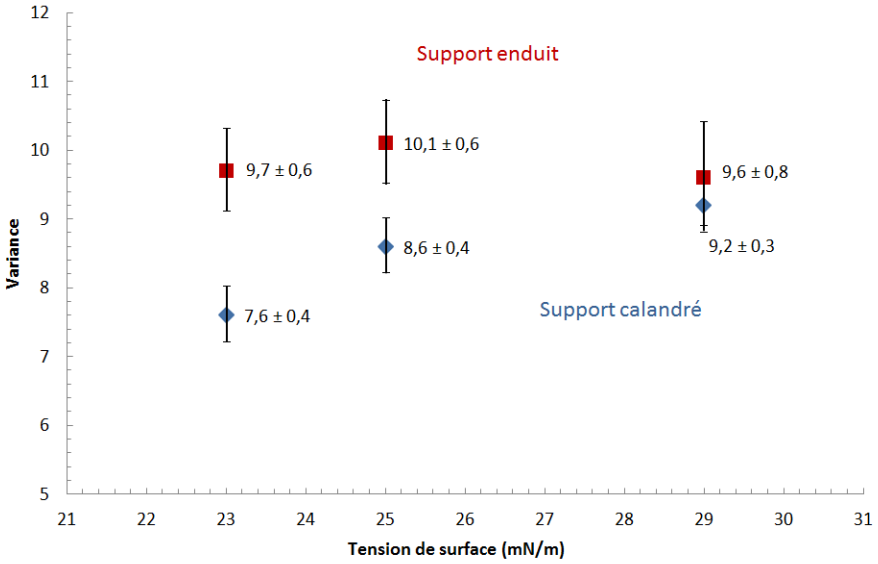


Figure 4-43 - Influence de la tension de surface sur la variance pour les deux supports

Par ailleurs, pour le support calandré, on constate une augmentation de la variance lorsque la tension de surface augmente, ce qui montre que l'homogénéité est meilleure à faible tension de surface, ce qui est intéressant pour obtenir la qualité « all-over ». Lorsque l'angle de contact de l'encre sur le support augmente (les interactions sont plus faibles), l'étalement est moins bon. Ainsi, si l'on souhaite une qualité « point par point », une hausse de la tension de surface est intéressante. Concernant le support enduit, la tension de surface la plus élevée reste trop faible pour modifier de manière significative la mouillabilité de l'encre.

4.3.3. Bilan partiel

Pour le support calandré, la viscosité et la tension de surface sont des paramètres majeurs. La viscosité apparaît même, avec la vitesse d'impression, comme le paramètre le plus important. Une faible viscosité donne un mauvais résultat alors qu'une forte viscosité permet d'aller vers une qualité « point par point ». De son côté, une faible tension de surface permet d'aller vers une qualité « all-over », l'étalement et l'homogénéité étant meilleurs à faible valeur.

Pour le support enduit, les tensions de surfaces utilisées n'ont pas d'influence car les interactions entre les encres et le support sont plus élevées. Une augmentation de la viscosité permet, quant à elle, une meilleure distribution de l'encre sur le support, mais nous sommes encore loin d'une situation de « point par point ».

4.4. Influence des propriétés des supports sur la qualité d'impression

Les derniers paramètres étudiés sont inhérents au support. La modification des propriétés des supports n'est pas aisée à mettre en œuvre. Si l'on considère le support PVC calandré utilisé pour l'étude de l'influence des paramètres procédé et des propriétés des encres, il s'avère qu'il est difficile d'en modifier les propriétés. En effet, ce support est fabriqué en production et répond à des normes qui ne peuvent être modifiées.

C'est pour cela que l'étude a été menée avec le support enduit. Sur ce support, nous pouvons modifier :

- L'épaisseur ;
- La compressibilité et l'état de surface.

4.4.1. L'épaisseur du support

Pour modifier l'épaisseur du support enduit, on va, lors de l'enduction, régler la racle de manière à ce que l'épaisseur déposée sur le voile de verre soit celle désirée. On ne modifie donc pas la formulation.

4.4.1.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivant :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;
- Encre de référence.

Notons que l'état de surface n'a pas été modifié par la variation d'épaisseur. La rugosité des supports avant impression est de **1,73 µm ± 0,09**.

4.4.1.2. Observation des échantillons imprimés

Les trois épaisseurs choisies sont 0,85 mm, 1,08 mm (épaisseur standard), et 1,5 mm. La Figure 4-46 présente les images d'échantillons imprimés pour chacune de ces épaisseurs.

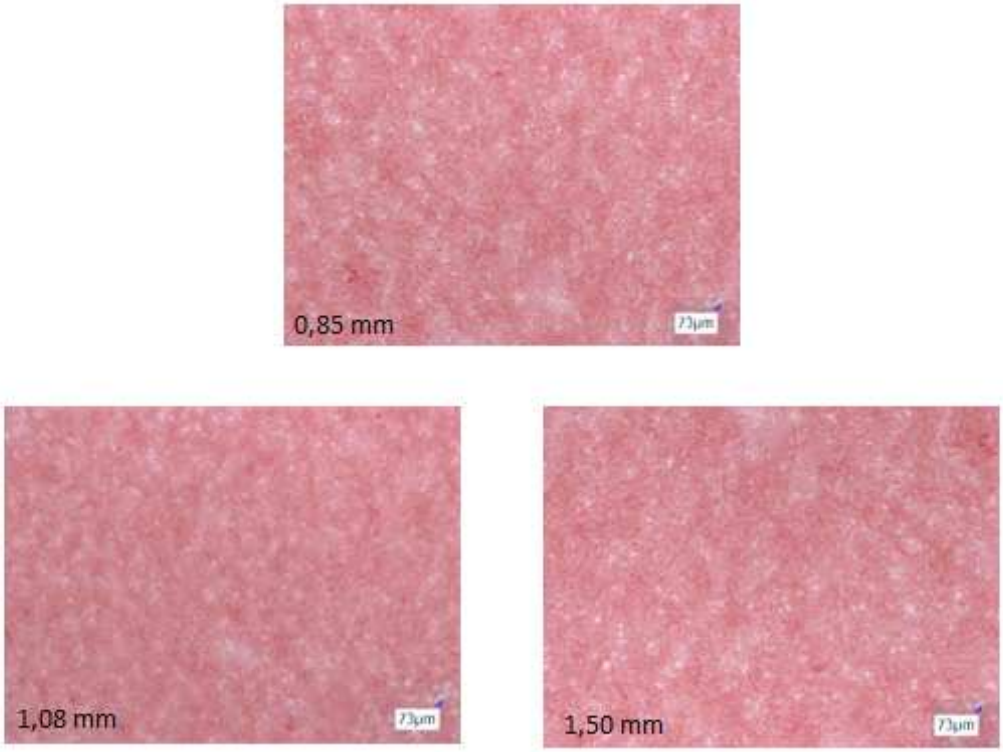


Figure 4-44 - Influence de l'épaisseur du film enduit sur la qualité d'impression

L'influence de l'épaisseur semble minime à première vue. Cela semble assez logique, surtout si l'état de surface n'est pas modifié.

4.4.1.3. Influence de l'épaisseur du support sur la rugosité

La Figure 4-47 présente l'influence de l'épaisseur sur la rugosité *Ra*. Nous constatons la quasi-constance de la rugosité lorsque l'épaisseur du support enduit varie. Notons aussi que la rugosité reste inférieure à celle du support enduit non-imprimé, ce qui s'explique par l'étalement de l'encre, remplissant les porosités.

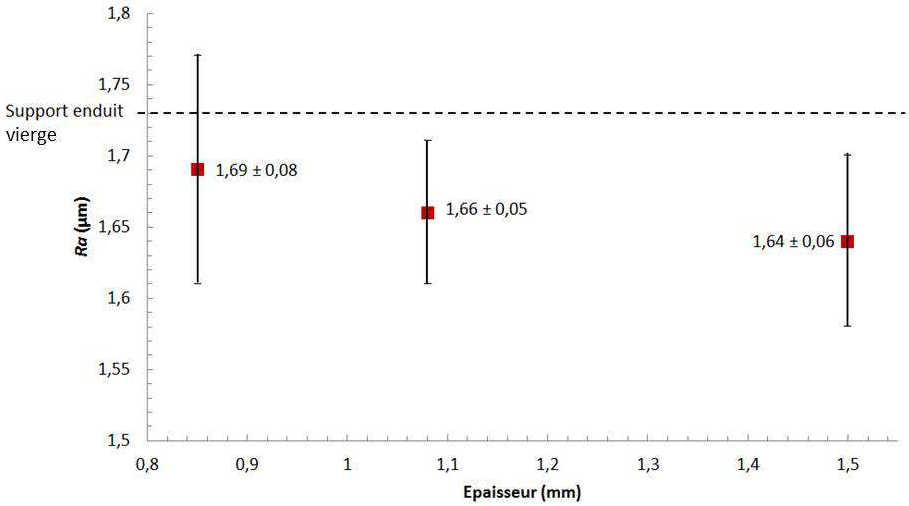


Figure 4-45 - Influence de l'épaisseur du support enduit sur la rugosité

Influence de l'épaisseur du support sur l'intensité et l'homogénéité

La courbe de distribution est présentée Figure 4-48.

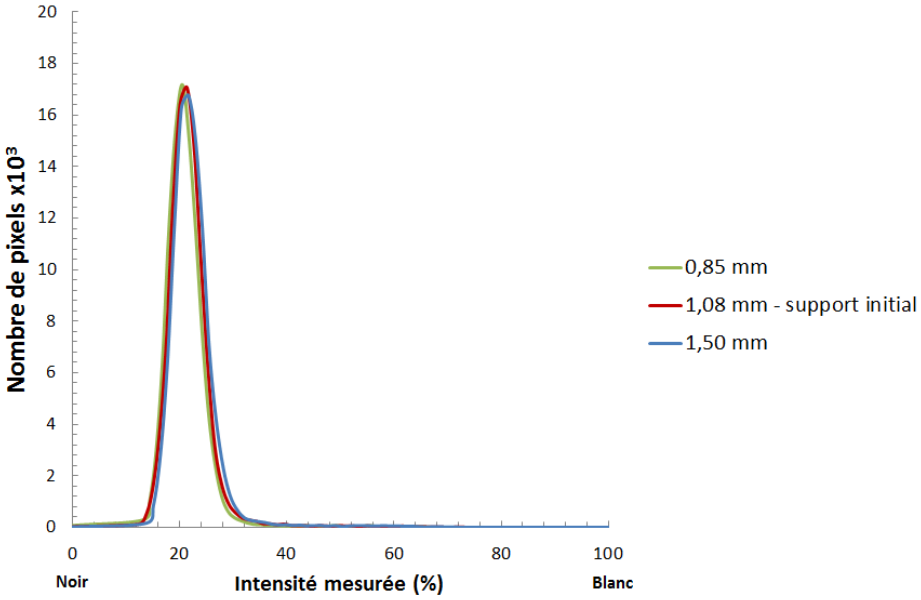


Figure 4-46 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de l'épaisseur du support enduit

On note l'équivalence des trois courbes. L'évolution de l'intensité moyenne et de la variance confirme la non-influence de l'épaisseur du support enduit (Figs. 4-49 et 4-50).

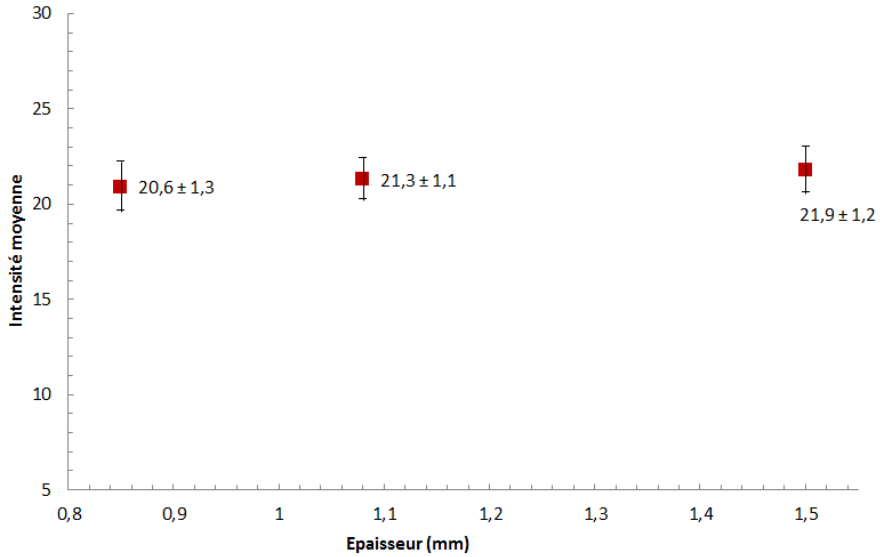


Figure 4-47 - Influence de l'épaisseur du support enduit sur l'intensité moyenne

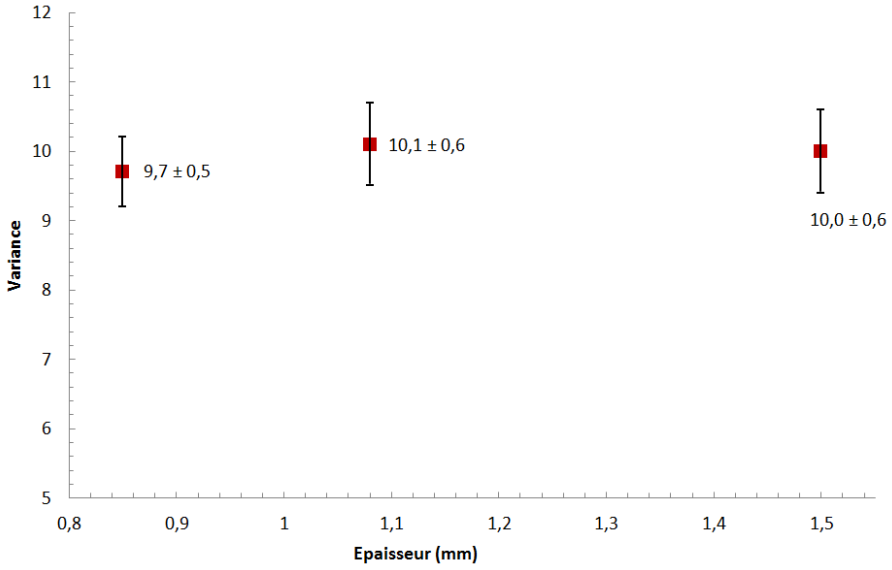


Figure 4-48 - Influence de l'épaisseur du support enduit sur la variance

4.4.2. La compressibilité / l'état de surface

Le dernier paramètre testé est la compressibilité du support. Ici encore, nous n'avons effectué des essais qu'à partir du support enduit.

Dans ce cas, nous avons légèrement modifié la formulation. En effet, dans la mousse, il y a un agent gonflant qui permet d'atteindre l'épaisseur souhaitée (le passage dans le four étant toujours soumis aux mêmes conditions), mais dans notre cas nous adaptons le passage dans le four pour avoir la même épaisseur avec un taux d'agent gonflant différent, et ainsi une compressibilité différente.

Nous avons choisi 3 taux d'agent gonflant : le taux initial pour le premier support, on retire 10% en masse pour le deuxième support et on retire 20% en masse pour le troisième support. Cependant, le changement de compressibilité a été accompagné d'un autre changement : celui de l'état de surface du support. En effet, la rugosité des supports est très différente, ce qui va jouer sur l'impression. Moins d'agent gonflant pour obtenir une même épaisseur implique des changements d'état de surface. Ainsi, nous n'allons pas observer l'influence d'un seul paramètre (la compressibilité), mais de deux (la compressibilité et l'état de surface).

Les rugosités des supports avant impression sont données Tableau 4-5.

Agent gonflant	Rugosité (µm)
initiale	1,73 ± 0,09
-10%	2,81 ± 0,21
-20%	3,42 ± 0,18

Tableau 4-5 - Rugosités des supports utilisés pour étudier l'influence de la compressibilité

4.4.2.1. Les conditions d'impression

Les paramètres d'impression utilisés pour évaluer cette influence sont les suivant :

- Vitesse d'impression : 20 m/min ;
- Angle de raclage : 45° ;
- Pression du cylindre presseur : 0,1 MPa ;
- Température de séchage : 80°C ;
- L'encre utilisée est l'encre référence.

4.4.2.2. Observation des échantillons imprimés

La Figure 4-51 présente les images d'échantillons imprimés.

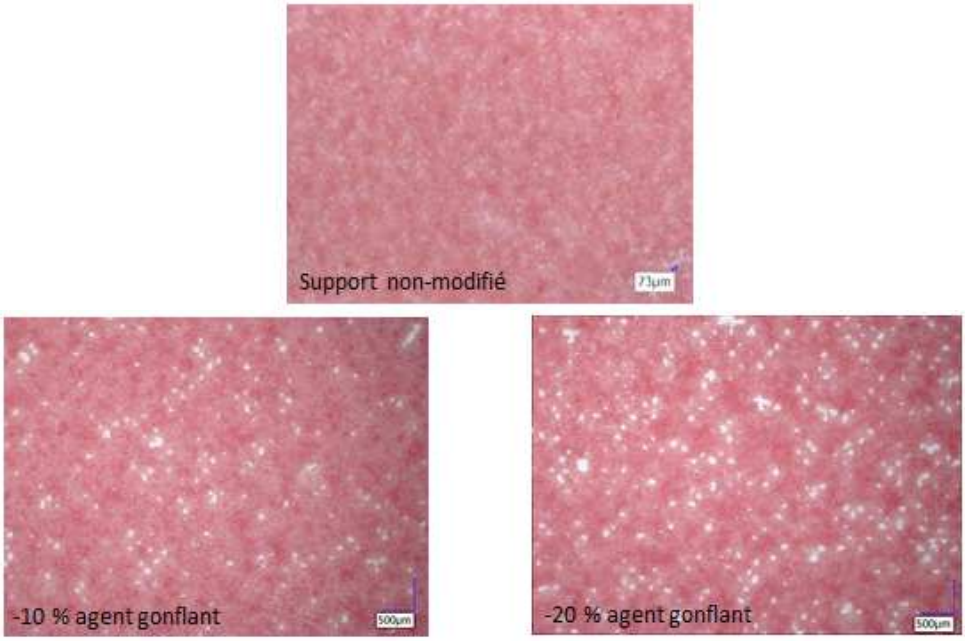


Figure 4-49 - Influence de la compressibilité/état de surface du film enduit sur la qualité d'impression

On observe une nette différence entre les trois échantillons. Nous avions noté que l'encre s'étale mieux lorsque la rugosité est plus importante, mais il s'avère ici que lorsque la rugosité est très importante, l'étalement est moins bon.

4.4.2.3. Influence sur la rugosité

La Tableau 4-6 présente les différentes rugosités *Ra* avant et après impression pour chaque support.

Agent gonflant	Rugosité avant impression (µm)	Rugosité après impression (µm)
initiale	1,73 ± 0,11	1,66 ± 0,05
-10%	2,81 ± 0,21	2,95 ± 0,14
-20%	3,42 ± 0,18	3,67 ± 0,12

Tableau 4-6 - Rugosités des supports utilisés pour étudier l'influence de la compressibilité

On remarque que la rugosité pour le cas non modifié diminue légèrement après impression. En revanche, elle augmente un peu dès lors que la quantité d'agent gonflant diminue.

4.4.2.4. Influence sur l'intensité et l'homogénéité

La courbe de distribution est présentée Figure 4-52.

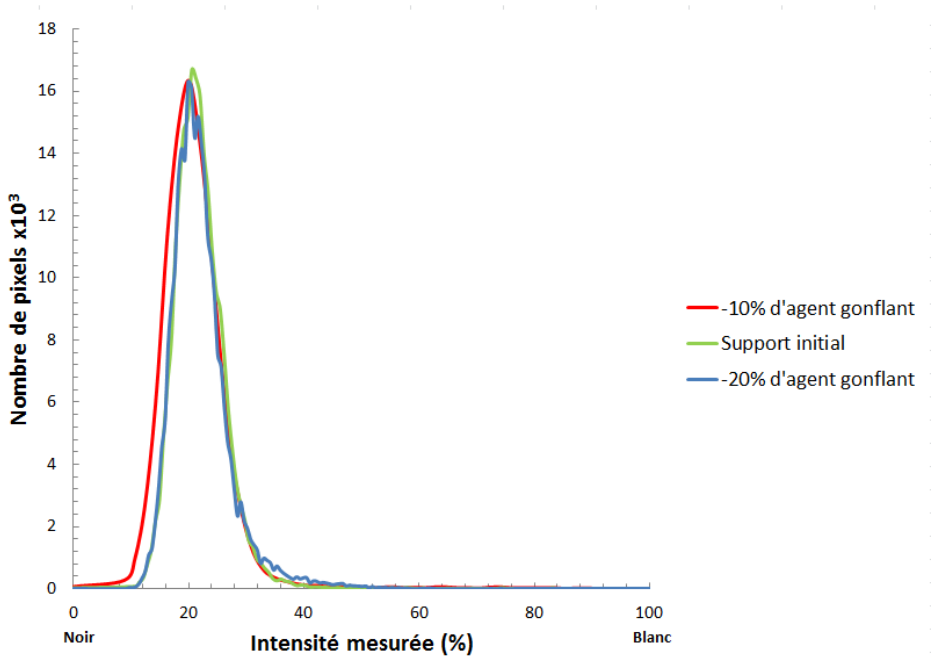


Figure 4-50 - Courbe de distribution représentant le nombre de pixels en fonction de l'intensité – influence de la compressibilité et de l'état de surface du support enduit

Nous ne notons pas de sensible différence entre les courbes de distribution.
Les Figures 4-53 et 4-54 présentent l'évolution de l'intensité moyenne et de la variance en fonction du support utilisé. La modification de la quantité d'agent gonflant agit sur la distribution de l'encre sur le support, elle agit moins sur l'intensité moyenne de la couleur, ainsi que sur la variance, qui sont équivalentes

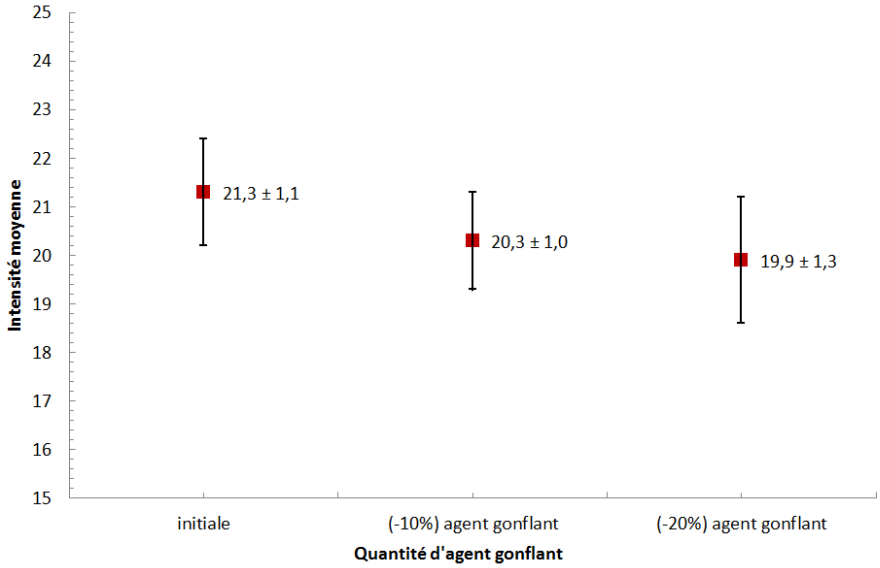


Figure 4-51 - Influence de la quantité d'agent gonflant dans le support enduit sur l'intensité moyenne

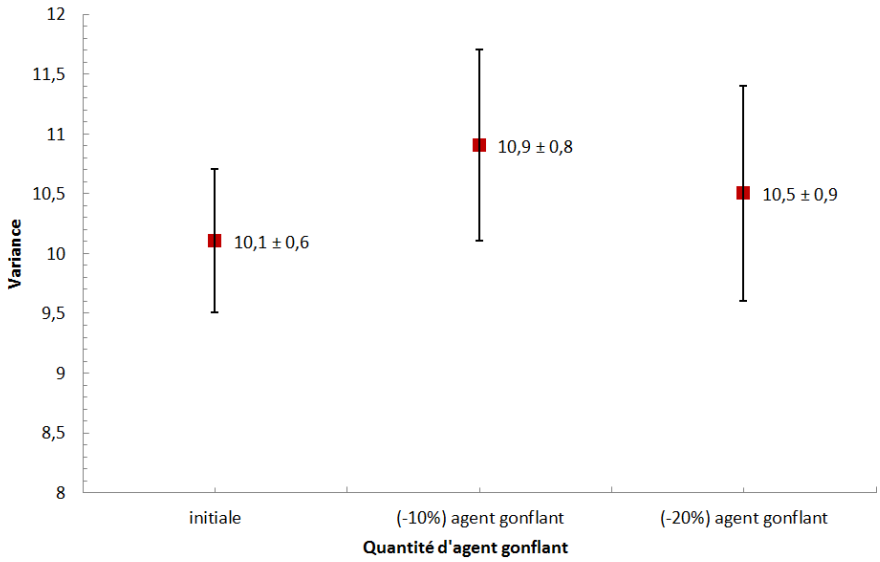


Figure 4-52 - Influence de la quantité d'agent gonflant dans le support enduit sur la variance

4.5. Bilan du chapitre 4

Ce chapitre présente l'ensemble des essais d'impression effectués au cours de ce travail de thèse. Ces essais ont mis en évidence de nombreuses influences qui sont autant de points essentiels pour Tarkett, afin d'anticiper les propriétés des matériaux à obtenir, notamment.

Le Tableau 4-7 présente l'influence des divers paramètres sur les qualités « point par point » et « all-over ».

Il apparaît que les principaux paramètres agissant sur la qualité d'impression sont, pour le support calandré :

- La vitesse d'impression : ce paramètre procédé est crucial, la vitesse conditionne la productivité d'une part, mais également la qualité d'impression. Nous avons vu qu'en augmentant la vitesse d'impression, la distribution de l'encre sur le support est améliorée, notamment si l'on recherche une qualité « point par point ». Par ailleurs, nous notons une meilleure homogénéité de couleur à haute vitesse qu'à basse ;

- La pression du contre-cylindre : ce paramètre conditionne l'aire de la surface de contact entre le cylindre encreur et le support. Nous avons vu que, lorsque la pression du cylindre presseur augmente, l'étalement de l'encre est meilleur, ce qui est intéressant si l'on souhaite une qualité « all-over ». A l'inverse, si l'on souhaite une situation de « point par point », une baisse de cette pression est intéressante, mais il faut s'assurer que le contact entre le support et le cylindre encreur est toujours existant et stable ;

- La viscosité de l'encre : ce paramètre est le plus important, concernant les propriétés de l'encre. En effet, nous avons pu observer la différence notable de qualité lorsque l'on imprime avec une encre à basse viscosité et à haute viscosité. A basse viscosité, le

Paramètre	« Point par point »	« All-over »
Vitesse d'impression	Amélioration par augmentation	-
Pression du cylindre presseur	Amélioration par diminution	Amélioration par augmentation
Angle de raclage	-	-
Température de séchage	-	-
Dimension des cellules	Amélioration par diminution	Amélioration par augmentation
Comportement rhéologique des encres	Amélioration avec une encre plus visqueuse	-
Tension de surface des encres	Amélioration par augmentation	Amélioration par diminution
Epaisseur du support	-	-
Compressibilité/état de surface du support	-	Amélioration par diminution de la quantité d'agent gonflant

Tableau 4-7 – Récapitulatif des actions à mener pour améliorer la qualité d'impression

résultat est considéré comme catastrophique, tandis qu'à haute viscosité, on se rapproche d'une situation point par point. Cependant, en production, une encre trop visqueuse peut amener à une limite : l'encre éliminée au moment du raclage est recyclée via un système de pompe et une encre trop visqueuse peut boucher assez rapidement le système de pompe, ce qui est évidemment à éviter ;

- La tension de surface de l'encre : cet élément est très important pour assurer ou non un bon étalement de l'encre sur le support. Une tension de surface élevée aide assurément à obtenir une situation de « point par point », tandis qu'une faible tension de surface assure un bon étalement tout en, et c'est intéressant, permettant une bonne homogénéité de couleur.

Par ailleurs, les différents paramètres testés influent sur la rugosité du support imprimé. Il apparaît que lorsqu'on va vers une qualité « point par point », on augmente la rugosité, alors que lorsque l'on va vers une qualité « all-over », la rugosité est abaissée.

Concernant le support enduit, l'influence des paramètres étudiés est plus limitée. Cela montre qu'il est plus difficile d'agir sur l'imprimabilité de ce type de support que sur le support calandré. Nous pouvons néanmoins noter que la vitesse d'impression et la viscosité de l'encre sont là aussi les deux paramètres les plus influents. Dans notre étude, il est plus difficile d'aller vers une situation de « point par point » que dans le cas du support calandré. L'influence sur la rugosité suit en revanche la même logique que dans le cas du support

calandré, excepté lors de l'étude de l'influence de la compressibilité et de l'état de surface, où de grandes différences sont à noter. L'influence moindre sur le support enduit peut être expliquée par les angles de mouillage des encres, inférieurs avec ce substrat par rapport au support calandré.

Enfin nous pouvons également agir sur la dimension des cellules. Nous avons utilisé la même forme de cellule, mais avec des dimensions réduites et un entrefer entre les cellules plus important. Cela a pour conséquence de permettre l'obtention d'une situation de « point par « point », même si nous nous sommes aperçu que la forme des cellules n'était pas exactement représentée. En effet, une forme de « lune » apparaissait sur de nombreux points. Cela montre qu'il reste encore des problèmes à élucider afin d'atteindre le « point par point » idéal.

5. Observation et mesure du mécanisme de transfert de l'encre du cylindre encreur sur le support

This chapter presents an experimental test to observe the transfer of the ink from the cells of the engraved cylinder to the substrate. A device has been developed and installed on a traction machine, and we observe the transfer of the various inks on the calendered substrate.

5.1. Le principe de l'essai 143
5.2. Le montage 143
5.2.1. Machine de traction ZWICK BZ 2.5/TH1S 144
5.2.2. Bloc en acier usiné sur lequel figurent les cellules 144
5.2.3. Le support à imprimer 146
5.2.4. Caméra rapide. 146
5.3. Conditions expérimentales et exemple d'observation 146
5.3.1. Conditions opératoires 146
5.3.2. Séquence vidéo 146
5.3.3. Résultats de mesure 147
5.4. Influence des principaux paramètres sur le transfert de l'encre 149
5.4.1. La tension de surface de l'encre 149
5.4.2. La viscosité de l'encre 153
5.5. Bilan du chapitre 5 157

L'objectif de ce chapitre est d'offrir une approche expérimentale du transfert de l'encre depuis une cellule vers le support à imprimer. C'est l'un des acteurs critiques de l'impression et son étude serait un point crucial pour une meilleure compréhension de l'influence des différents paramètres sur la qualité d'impression.

Ce chapitre pourra servir de support pour une étude ultérieure plus approfondie sur l'observation du transfert de l'encre.

5.1. Le principe de l'essai

Comme nous avons pu en juger dans la bibliographie, le procédé d'héliogravure implique, lors du transfert de l'encre vers le support, une composante de cisaillement et une composante d'élongation, qui permettent l'extraction de l'encre de la cellule. Nous avons décidé pour cette analyse expérimentale de n'impliquer que le comportement de l'encre en élongation.

La Fig. 5-1 présente une schématisation du principe de l'essai.

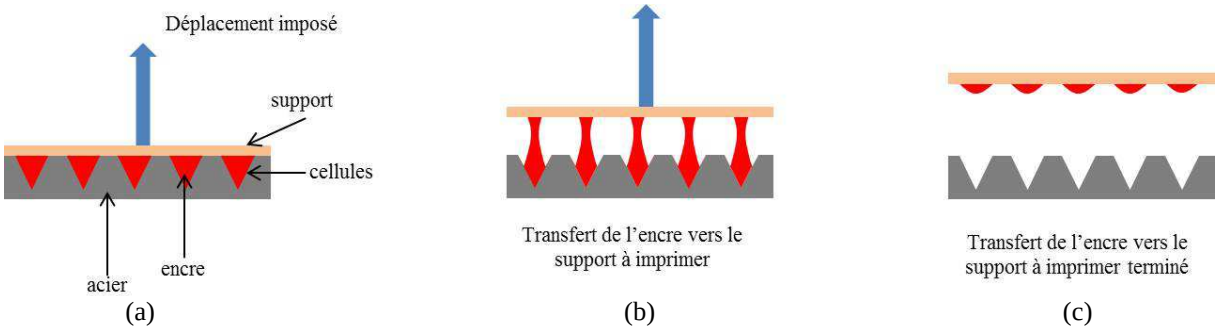


Figure 5-1 – Schéma de principe de l'étude

Le principe est donc de créer des cellules dans un bloc en métal (idéalement du chrome), dans lesquelles nous déposerons l'encre. On vient ensuite appliquer un contact entre le support à imprimer (collé à une surface rigide) et le bloc contenant les cellules et donc l'encre. On impose enfin un déplacement vertical au support à imprimer, ce qui permet l'extraction d'encre.

5.2. Le montage

Le montage mis au point est présenté Figure 5-2.

Pour réaliser les observations, nous utilisons :

- Une machine de traction : ZWICK BZ 2.5/TH1S ;
- Un bloc en acier sur lequel sont usinées les cellules ;
- Le support à imprimer ;
- Une caméra rapide Vision Research Phantom Miro 4 ;
- Un système d'éclairage.

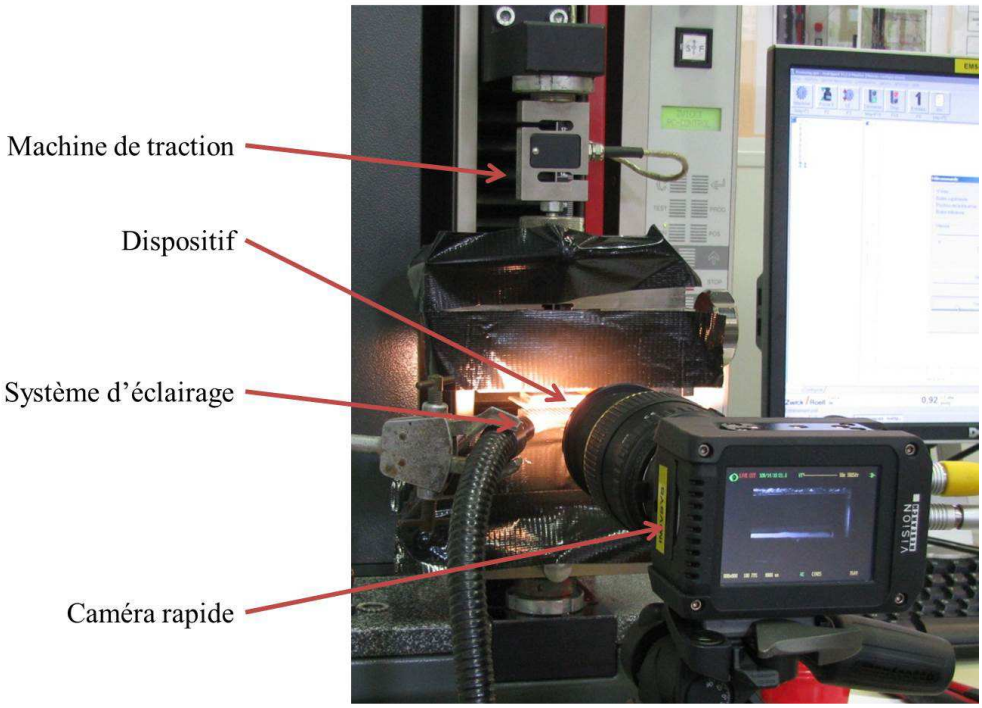


Figure 5-2 – Photographie du montage

5.2.1. Machine de traction ZWICK BZ 2.5/TH1S

Afin de pouvoir contrôler le déplacement du support à imprimer, une machine de traction s'avère un outil très précieux. La vitesse maximale de déplacement autorisée est de 0,05 m/s. Notons qu'un des mors reste immobile pendant que l'autre peut être commandé en déplacement.

5.2.2. Bloc en acier usiné sur lequel figurent les cellules

Afin d'usiner les cellules, nous avons utilisé un bloc d'acier, présenté Figure 5-3.

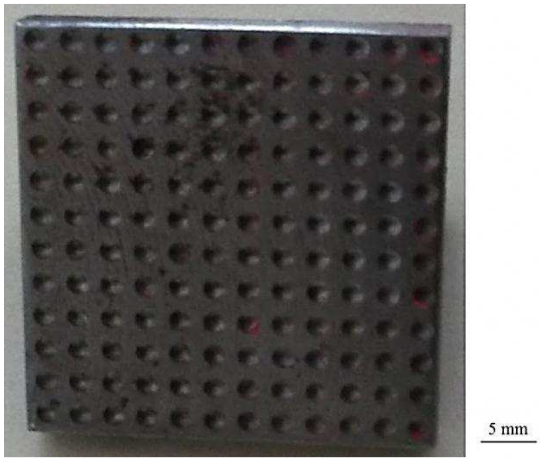


Figure 5-3 – Photographie du bloc en acier avec les cellules.

Notons que ce bloc possède de nombreuses cellules, mais pour l'observation nous n'en utiliserons que deux. En effet, à l'origine, ce bloc devait servir à mesurer une force de

décohésion de l'encre. Mais cette force étant trop faible, nous avons décidé de nous intéresser ici uniquement à l'observation du transfert de l'encre.

Ce n'est pas le matériau qui recouvre le cylindre encreur, mais le Tableau 5-1 montre que les angles de contact entre les encres et l'acier et entre les encres et le chrome sont équivalents.

Encre	Angle de contact sur chrome	Angle de contact sur acier
Référence	70.2	71.1
1	59.3	60.8
2	77.3	79.1
3	71.1	72.6
4	69.8	70.3

Tableau 5-1 – Comparaison des angles de contact entre les différentes encres et un support en chrome et entre les différentes encres et le support en acier

Ensuite, nous notons que les cellules ont des dimensions supérieures à celles des cellules présentes sur le cylindre encreur en production. En effet, l'observation serait très compliquée à effectuer en gardant les dimensions réelles. Ainsi, les nouvelles cellules ont un diamètre de 2 mm, contre 200 µm en réalité, et une profondeur de 0,5 mm, contre 50 µm en réalité. Enfin, la forme des cellules pour les essais n'est pas la même qu'en réalité. En effet, la forme est conique alors qu'elle est pyramidale sur le procédé pilote (Fig. 5-4). Les cellules des cylindres en production sont faites avec des diamants, tandis que, pour l'étude, nous avons utilisé un foret.

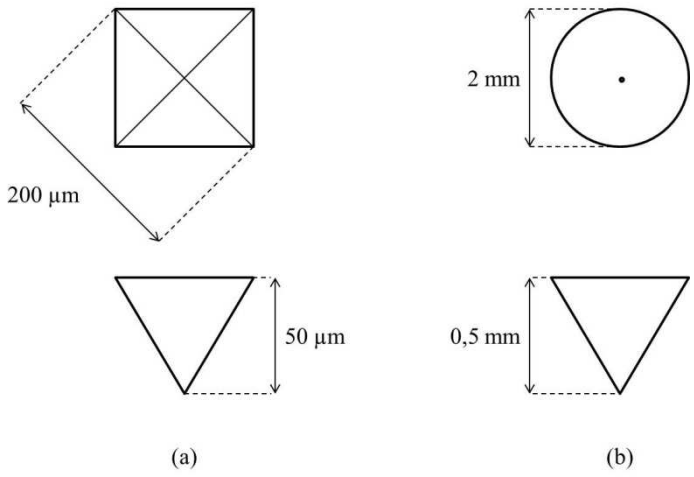


Figure 5-4 – Forme et dimensions des cellules (a) utilisées lors des essais d'impression, (b) utilisées lors des observations du transfert de l'encre

5.2.3. Le support à imprimer

Au cours des essais d'impression, nous avons observé que quelle que soit l'encre utilisée, nous avons un fort étalement sur le support enduit. En ce qui concerne le support calandré, il y a un fort étalement avec l'encre la plus fluide, tandis qu'avec l'encre la plus visqueuse, nous avons vu que nous pouvons tendre vers une qualité « point par point ». Ainsi, nous avons utilisé, pour ces observations, uniquement le support calandré.

Afin de s'assurer du bon transfert de l'encre, il faut que le support soit parfaitement plat. On colle donc le support calandré sur un bloc d'acier qui est lui-même fixé à la machine de traction via des mors. On utilise un ruban adhésif double-face pour que le support soit bien collé.

5.2.4. Caméra rapide.

La durée du transfert de l'encre est très courte. L'utilisation d'une caméra standard donnerait des images d'une faible qualité et nous ne pourrions pas analyser l'ensemble du transfert de l'encre. En ce sens, nous avons utilisé une caméra rapide qui prend 1000 images par seconde. Le modèle est la caméra Vision Research Phantom Miro 4.

5.3. Conditions expérimentales et exemple d'observation

5.3.1. Conditions opératoires

Afin d'observer le transfert de l'encre vers le support, nous avons utilisé les paramètres suivants :

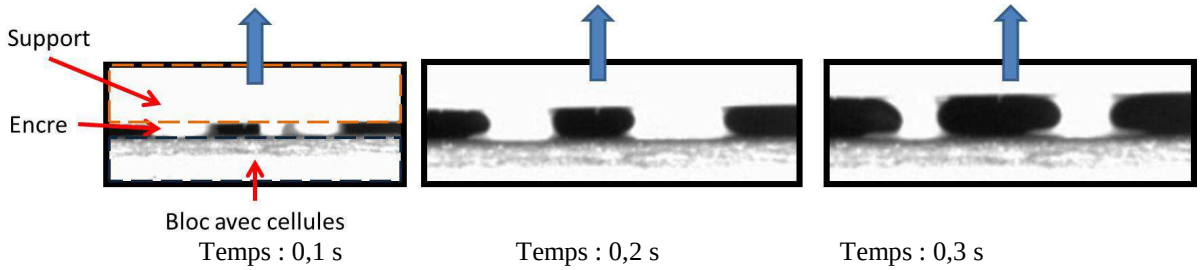
- Force de compression avant déplacement : 2 N : on assure ainsi le contact entre le support et le bloc d'acier. Cette phase de compression ne décrit pas le paramètre « pression du cylindre presseur » ;
- Vitesse de déplacement imposée : 10 et 50 mm/s. Nous n'utiliserons ici que des vitesses de déplacement constantes ;
- Les cinq encres formulées pour l'étude sont utilisées ;
- Le support PVC calandré est utilisé.

5.3.2. Séquence vidéo

La Figure 5-5 présente un exemple d'observation à la caméra rapide. Cet exemple présente le cas testé à 10 mm/s et avec l'encre référence. Notons en premier lieu que la vidéo est enregistrée en niveaux de gris. Par ailleurs, l'éclairage ajouté permet d'observer le transfert mais, en contrepartie, l'encre apparaît blanche à l'image, ainsi que le support.

La Figure 5-5 présente les différentes phases du transfert de l'encre sur le support :

- Sur l'image 1, nous observons la formation du filament d'encre qui lie la cellule au support ;
- Sur l'image 2, la section du filament diminue à mesure que le support s'écarte de la cellule ;
- Sur l'image 3, le filament est prêt à se rompre, le transfert de l'encre sur le support est presque terminé



igure 5-5 – Exemple d'observation effectuée, avec l'encre référence, à 10 mm/s

5.3.3. Résultats de mesure

Lors du transfert de l'encre, plusieurs données sont intéressantes à analyser :

- La hauteur (ou le temps) à décohésion du filament d'encre (Fig. 5-6) ;
- L'évolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur en son milieu (Fig. 5-7) ;
- Le « décalage » du filament par rapport à l'axe de déplacement (Fig. 5-8) ;
- La quantité d'encre transférée ;
- L'observation du support après transfert de l'encre.

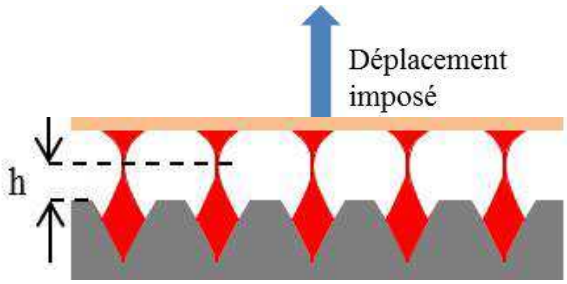


Figure 5-6 - Hauteur de décohésion du filament d'encre

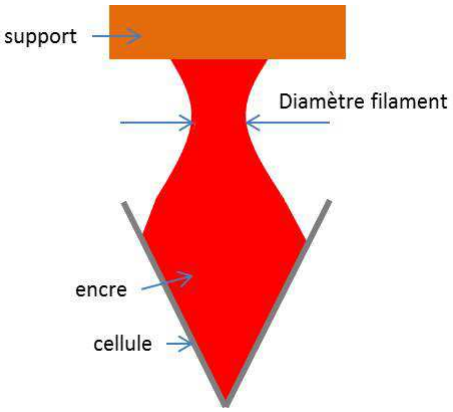


Figure 5-7 – Diamètre de filament mesuré à sa mi-hauteur

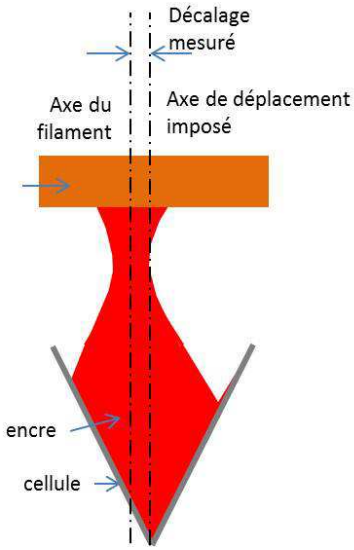


Figure 5-8 - Décalage du filament mesuré par rapport à l'axe principal de déplacement

A travers les présents essais, nous pourrons observer l'étalement de l'encre sur le support avec deux cellules remplies et mesurer la hauteur à décohésion.

Concernant la quantité d'encre à transférer, il est très difficile de la mesurer avec précision, d'autant plus que les variations sont très minimes suivant les paramètres étudiés. Cela sera une perspective intéressante pour une prochaine étude.

A partir de ces mesures, nous pouvons déterminer l'influence de la vitesse de déplacement, de la viscosité et de la tension de surface de l'encre, sur le transfert de l'encre sur le support. La mesure de la hauteur ou du temps à décohésion de l'encre a été effectuée grâce à un logiciel d'analyse vidéo courant : Windows Live Movie Maker.

Exemple de résultat

Analysons le cas de l'encre référence. La séquence du transfert de l'encre est celle présentée Figure 5-5 (pour la vitesse de 10 mm/s).

La mesure de la hauteur à décohésion est de :

- **0,32 mm** à 10 mm/s ;
- **0,29 mm** à 50 mm/s.

La Figure 5-9 présente l'évolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur.

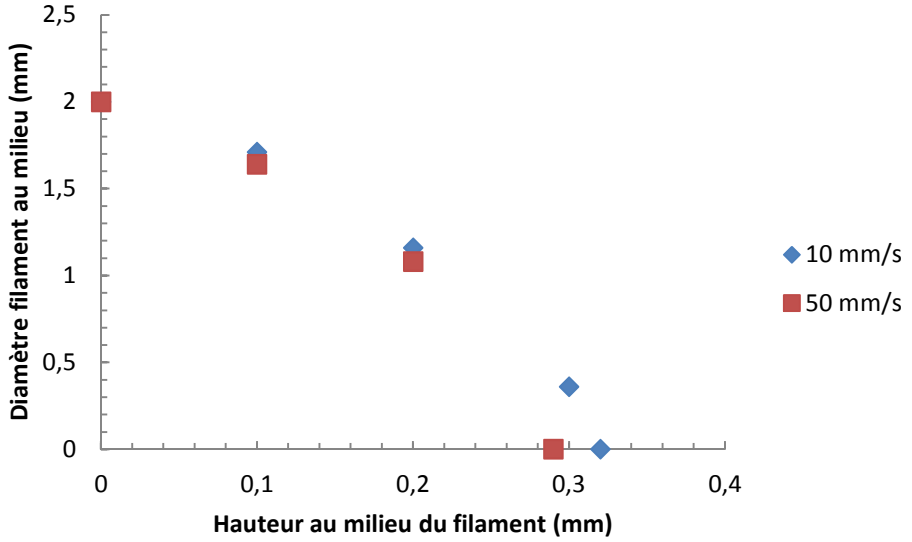


Figure 5-9 – Evolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur, pour l'encre référence

Nous constatons que le diamètre diminue de manière identique pour les deux vitesses jusqu'à une hauteur de 0,2 mm. Ensuite, lorsque l'on est à 50 mm/s, la rupture du filament d'encre s'effectue plus rapidement.

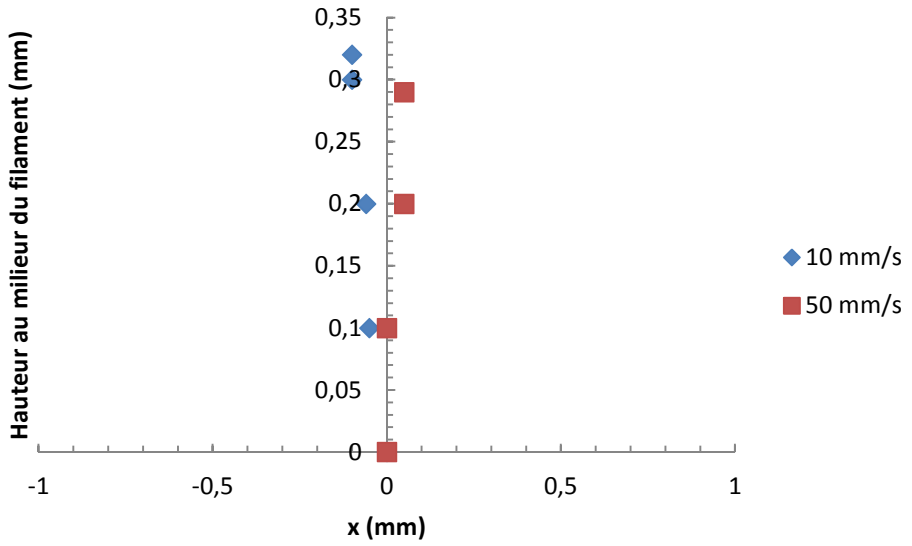


Figure 5-10 - Evolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement, pour l'encre référence

La Figure 5-10 présente quant à elle l'évolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement. Nous remarquons dans ce cas que le décalage du filament est relativement faible, de l'ordre de 0,1 mm, ce qui signifie que le filament suit bien l'axe de déplacement. Nous notons ensuite que le décalage peut se faire de chaque côté de l'axe.

5.4. Influence des principaux paramètres sur le transfert de l'encre

Pour cette étude, nous n'avons pas repris l'ensemble des paramètres évoqués dans le chapitre 4. Nous avons déjà évoqué le cas du support utilisé qui est le calandré. Nous étudierons ici l'influence de la vitesse d'extraction de l'encre, avec deux vitesses : 10 et 50 mm/s, qui est la vitesse maximale et, à ces deux vitesses, nous analyserons l'influence de :

- la tension de surface de l'encre ;
- Le comportement rhéologique de l'encre.

5.4.1. Influence de la tension de surface de l'encre

5.4.1.1. Observations

La Figure 5-11 présente les supports imprimés après le transfert de l'encre. Nous constatons en premier lieu l'étalement de l'encre plus important à faible vitesse de déplacement. Cela confirme les essais d'impression présentés dans le chapitre 4, qui ont montré cet étalement. Cependant, nous avions mis en avant le fait que le temps de contact entre le support et le cylindre encreur à faible vitesse était plus important et que cela favorisait l'étalement de l'encre. Or, lors de ces essais d'observation, le temps de contact est le même, que l'on soit à 10 ou 50 mm/s. Ainsi on peut penser que c'est la quantité d'encre transférée qui influence l'étalement. Nous avons vu dans la bibliographie que la quantité d'encre transférée diminue lorsque la vitesse d'impression augmente, ce qui favorise l'étalement.

Concernant la tension de surface de l'encre, nous pouvons voir qu'une augmentation de sa valeur assure une meilleure distribution, si l'on recherche une qualité « point par point ». Cela confirme les résultats obtenus lors des essais d'impressions. Nous pouvons également constater que l'on obtient dans certains cas des formes en « croissant de lune », analogues à celles observées dans le procédé pilote

5.4.1.2. Hauteur à décohésion

La Figure 5-12 présente l'influence de la tension de surface sur la hauteur de décohésion, pour les deux vitesses étudiées.

Nous observons que la hauteur de décohésion diminue lorsque la tension de surface augmente. Nous observons une diminution de 20 % de cette hauteur entre la faible et la forte tension de surface à 10 mm/s. Cette diminution est de 12 % à 50 mm/s.

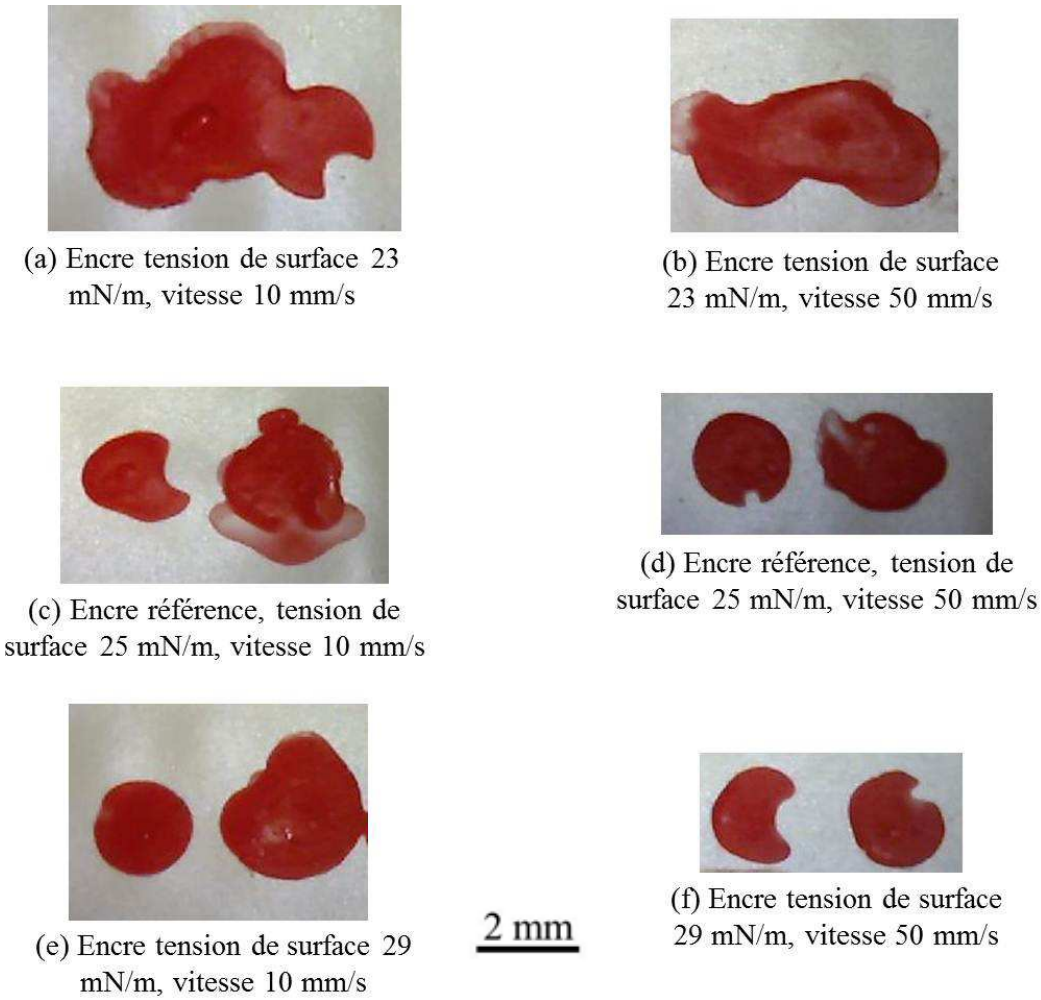


Figure 5-11 – Observation des supports imprimés calandrés, pour les deux vitesses et les encres présentant des tensions de surface différentes

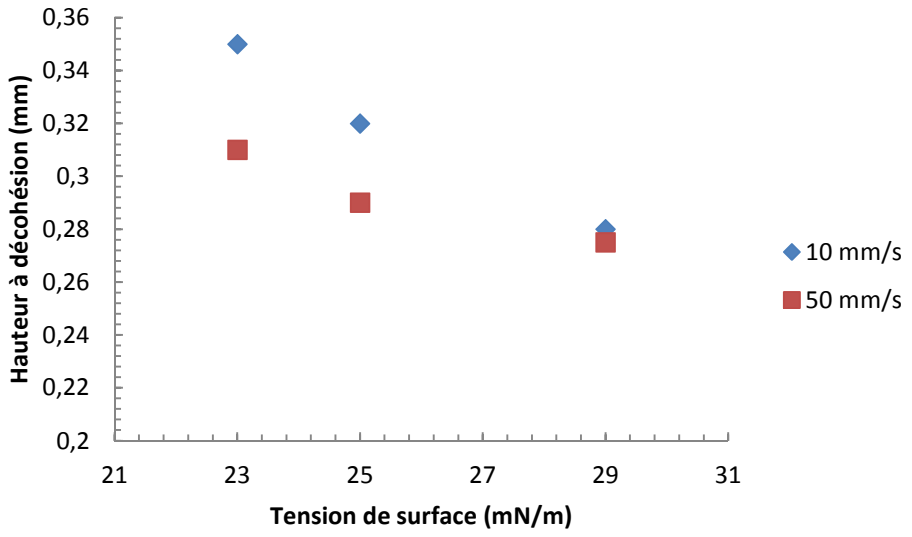


Figure 5-12 – Influence de la tension de surface de l'encre sur la hauteur de décohésion

5.4.1.3. Evolution du diamètre du filament en fonction de la hauteur

L'évolution du diamètre du filament est présentée Figure 5-13 pour la vitesse de 10 mm/s et Figure 5-14 pour la vitesse de 50 mm/s.

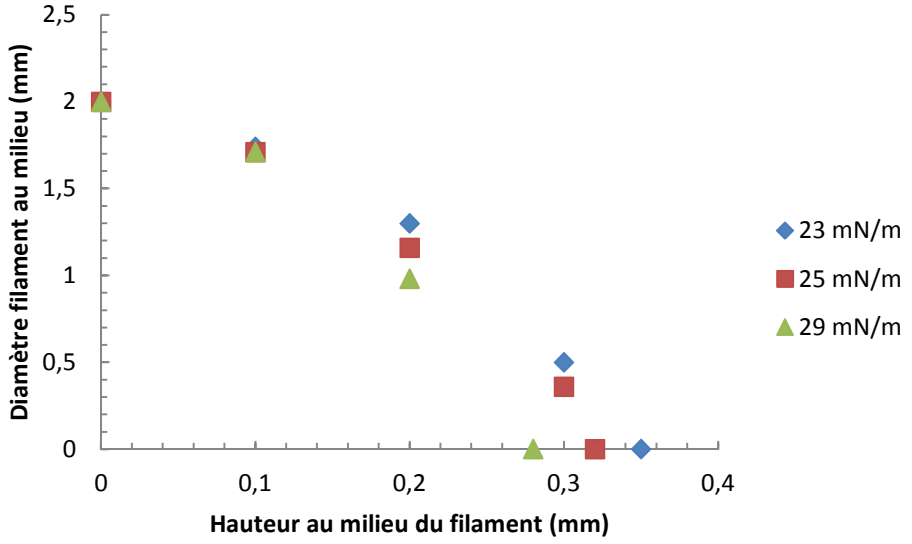


Figure 5-13 – Evolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur, pour les encres avec différentes tensions de surface, à 10 mm/s

Nous constatons que le diamètre n'évolue que très peu entre les différentes encres jusqu'à une hauteur de 0,1 mm à 10 mm/s et 0,2 mm à 50 mm/s. Nous remarquons ensuite que la diminution du diamètre du filament est plus rapide lorsque la tension de surface augmente.

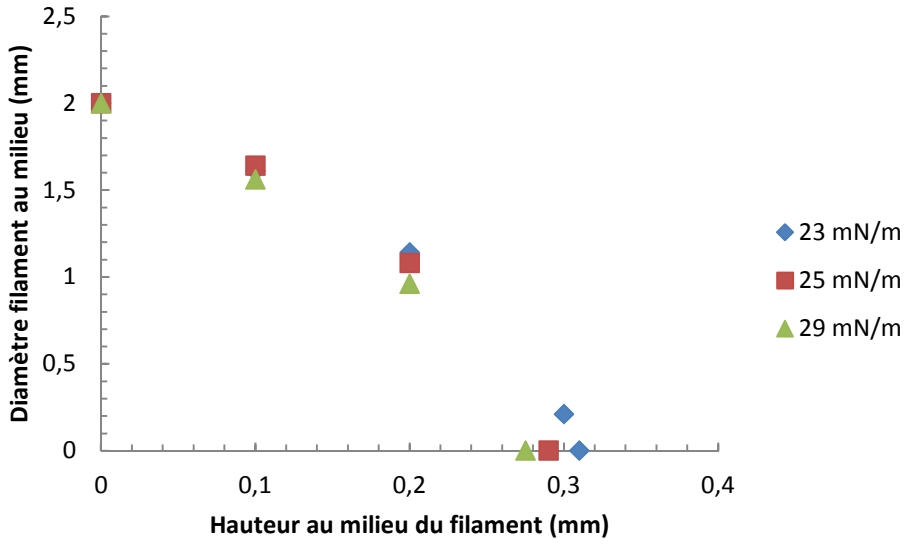


Figure 5-14 – Evolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur, pour les encres avec différentes tensions de surface, à 50 mm/s

5.4.1.4. Décalage du filament

L'évolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement est présentée Figure 5-15 pour la vitesse de 10 mm/s et Figure 5-16 pour la vitesse de 50 mm/s.

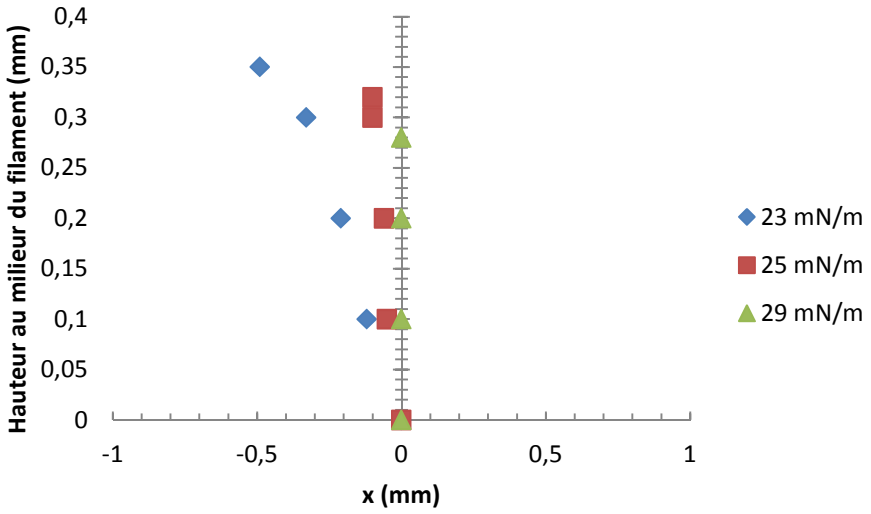


Figure 5-15 – Evolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement, pour les encres avec différentes tensions de surface, à 10 mm/s

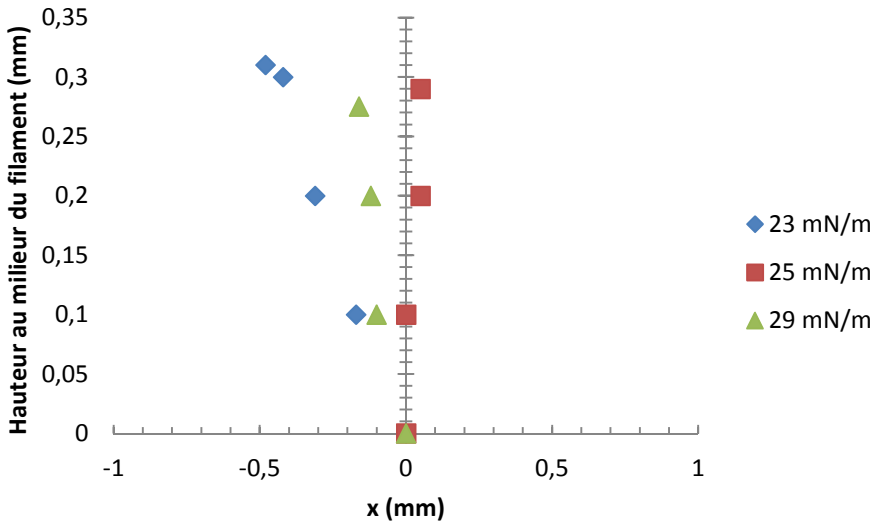


Figure 5-16 – Evolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement, pour les encres avec différentes tensions de surface, à 50 mm/s

Nous constatons ici qu'il existe une déviation du filament de l'encre lorsque l'on est à faible tension de surface, et ce phénomène est similaire pour les deux vitesses. Ce résultat peut être une indication intéressante quant à l'étalement de l'encre sur le support et les observations qui en découlent (Fig. 5-11 a et b).

5.4.2. Influence du comportement rhéologique de l'encre

5.4.2.1. Observations

La Figure 5-17 présente les supports imprimés après le transfert de l'encre.

Nous observons ici la nette différence de dépôt encre les trois encres. A faible viscosité, l'étalement est fort et nous avons une coalescence des deux points d'impression, tandis qu'à forte viscosité, les points d'impression sont bien séparés et sont presque de la forme de la cellule. Notons cependant que les points d'impression pour l'encre visqueuse présentent une forme de « croissant de lune », forme que nous avons déjà pu observer lors des essais avec une taille de cellule réduite (Fig. 4-27 b).

5.4.2.2. Hauteur à décohésion

Concernant la viscosité de l'encre, son influence sur la hauteur de décohésion est présentée Figure 5-18. La viscosité influence largement la hauteur de décohésion de l'encre. Nous observons une augmentation de 35% entre l'encre à faible et l'encre à forte viscosité à 10 mm/s. Cette augmentation est de 30 % à 50 mm/s.

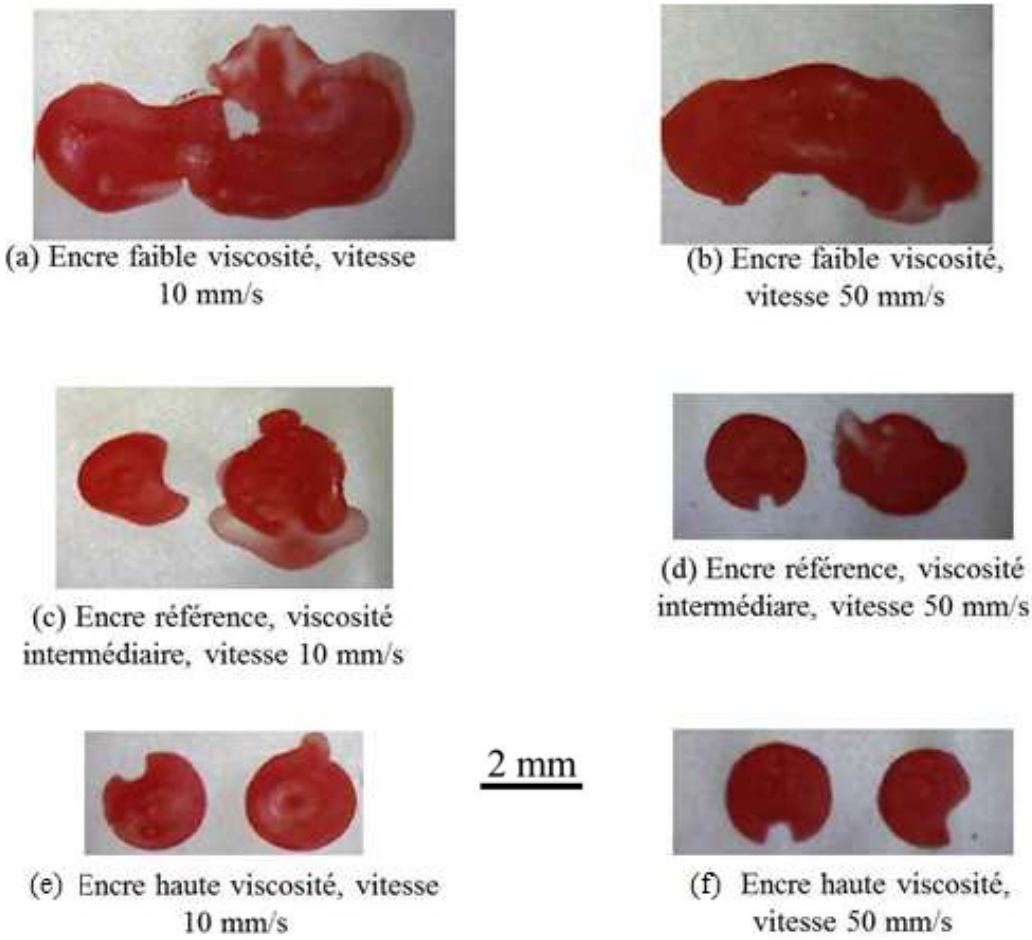


Figure 5-17 – Observation des supports imprimés, pour les deux vitesses et les encres présentant des viscosités différentes

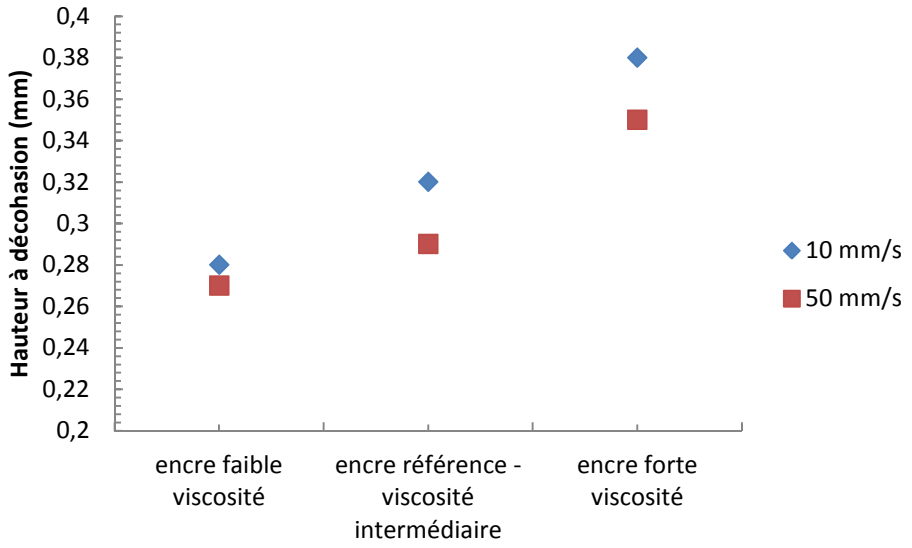


Figure 5-18 – Influence de la viscosité de l'encre sur la hauteur de décohésion de l'encre

5.4.2.3. Evolution du diamètre du filament en fonction de la hauteur

L'évolution du diamètre du filament est présentée Figure 5-19 pour la vitesse de 10 mm/s et Figure 5-20 pour la vitesse de 50 mm/s.

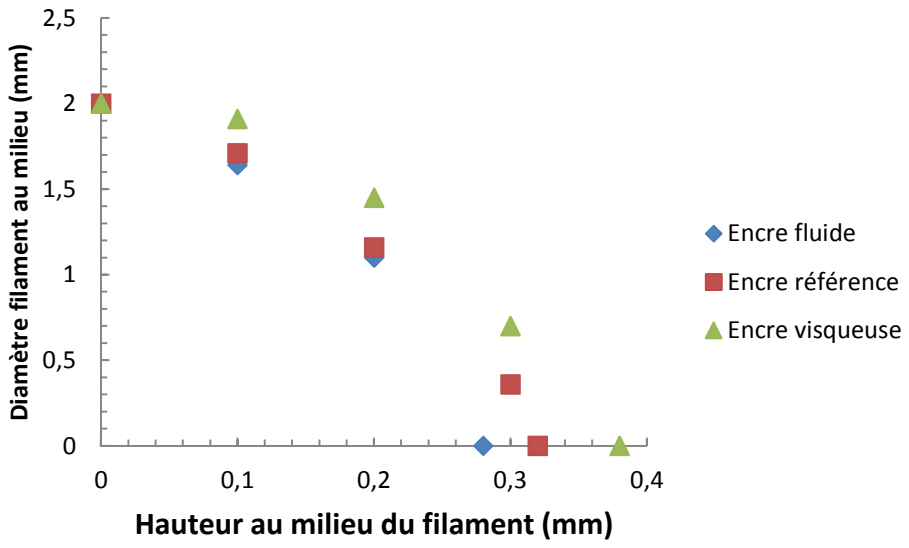


Figure 5-19 – Evolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur, pour les encres avec différentes viscosités, à 10 mm/s

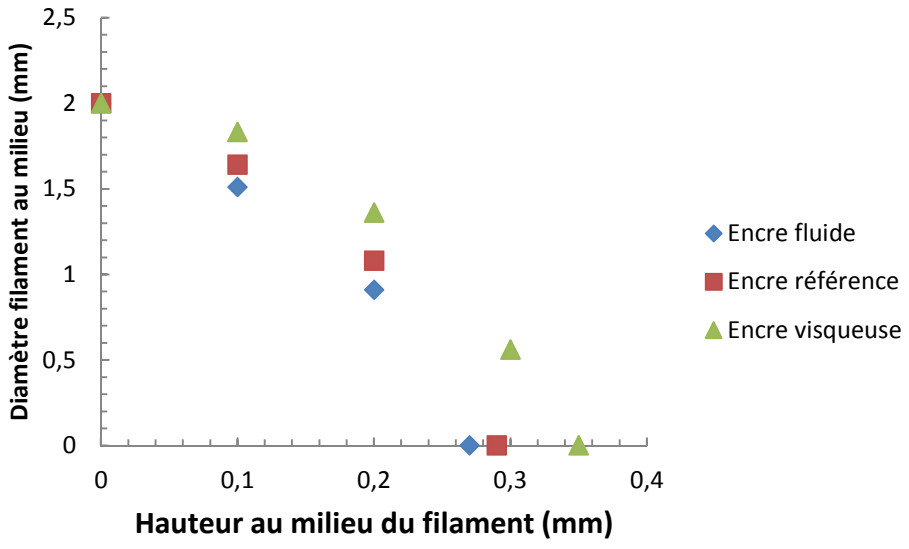


Figure 5-20 – Evolution du diamètre du filament en fonction de sa hauteur, pour les encres avec différentes viscosités, à 50 mm/s

Nous observons ici que la diminution du diamètre du filament est plus rapide pour l'encre à faible viscosité. La plus visqueuse donne une hauteur de décohésion plus importante, mais dans tous les cas les valeurs restent faibles, entre 0,28 et 0,38 mm, ce qui montre que le comportement élongationnel de ces encres est lui aussi très faible.

5.4.2.4. Décalage du filament

L'évolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement est présentée Figure 5-21 pour la vitesse de 10 mm/s et Figure 5-22 pour la vitesse de 50 mm/s.

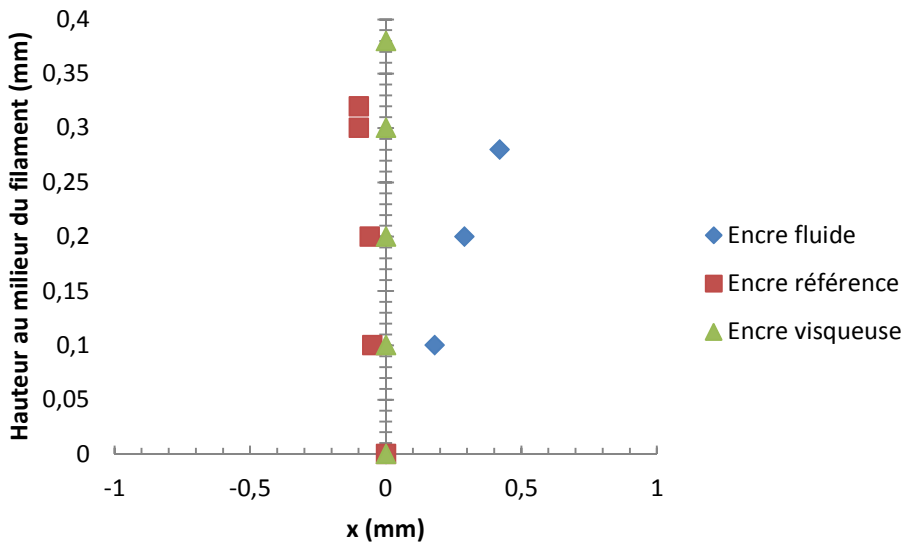


Figure 5-21 – Evolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement, pour les encres avec différentes viscosités, à 10 mm/s

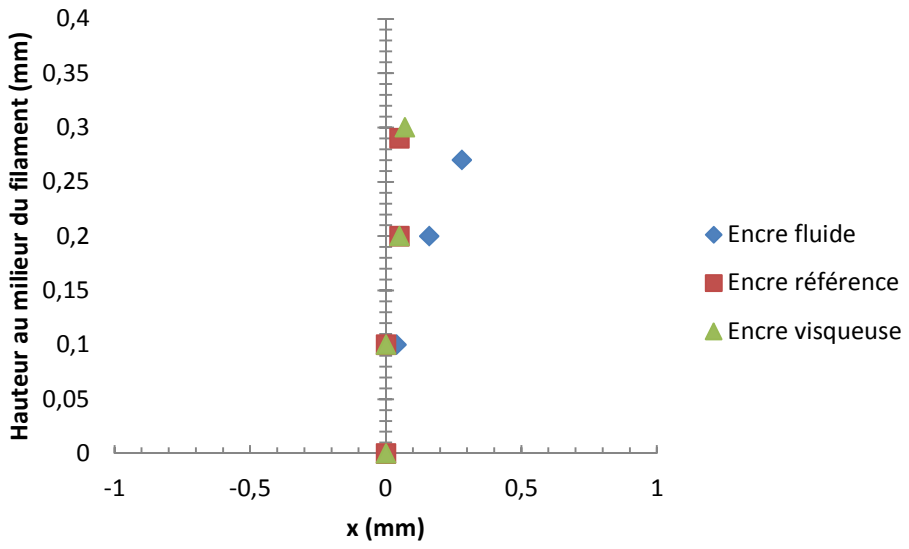


Figure 5-22 – Evolution de la hauteur du filament en fonction de sa position par rapport à l'axe de déplacement, pour les encres avec différentes viscosités, à 50 mm/s

Nous remarquons, comme dans le cas d'encre à faible tension de surface, une déviation du filament est plus importante à faible viscosité, ce qui peut expliquer l'étalement important de l'encre sur le support (Fig. 5-17 a et b). Pour l'encre à forte viscosité, la déviation est minime.

5.5. Bilan du chapitre 5

Ce chapitre a pour but de préparer une étude future qui analyserait plus en profondeur le mécanisme de transfert de l'encre.

Ici, nous montrons plusieurs points :

- Une augmentation de la vitesse d'extraction de l'encre permet une meilleure distribution de celle-ci. Si l'on met en relation cette observation avec l'étude bibliographique, la quantité d'encre transférée semble l'élément majeur dans l'étalement de l'encre.

- L'évolution du diamètre du filament d'encre est similaire quelle que soit l'encre (légèrement plus rapide pour les encres à faible tension de surface et faible viscosité) ;

- Nous observons une déviation importante du filament pour les encres à faible tension de surface et faible viscosité, ce qui peut être un élément expliquant l'étalement important que l'on a pu observer au cours de ces essais et lors du chapitre 4.

Ces éléments sont une base intéressante pour une étude plus approfondie, mais il sera également primordial de déterminer la quantité d'encre transférée, soit par une des méthodes présentées dans le chapitre 2, soit en en élaborant une nouvelle.

6. Conclusions et perspectives

Conclusions

Ce travail de thèse regroupe un large nombre de domaines d'études. Nous retrouvons de l'observation et de l'analyse de surface, de la rhéologie des fluides complexes, ainsi que de l'interaction entre fluide et solide à l'état statique.

Il était ainsi capital d'étudier chacun des phénomènes en relation avec l'impression par héliogravure. Nous avons pu, à travers cette étude, effectuer une large revue de l'ensemble des paramètres pouvant influencer la qualité d'impression, telle qu'elle est définie par Tarkett, et ainsi nous apercevoir que de nombreux paramètres doivent être contrôlés.

Evoquons tout d'abord l'influence des différents paramètres sur le support PVC calandré, dont la composition est fixe.

En premier lieu, nous pouvons noter l'influence des paramètres liés au procédé d'impression lui-même. Nous avons pu, à travers la revue bibliographique, ainsi qu'à travers les nombreux essais d'impression effectués, mettre en avant l'influence de trois paramètres essentiels : la vitesse d'impression, la pression du cylindre presseur et l'angle de raclage.

La vitesse d'impression, au-delà de son impact évident sur la productivité, a aussi une large influence sur la qualité d'impression. La quantité d'encre transférée diminue à haute vitesse et sa distribution sur le support à imprimer (et nous l'avons mis en évidence particulièrement avec le support calandré) est plus homogène et ainsi plus intéressante si l'on souhaite une qualité « point par point ».

La pression du cylindre presseur agit, quant à elle, sur l'aire de contact entre le support et le cylindre encreur, et ainsi sur la distribution de l'encre sur le support. Une forte pression implique un meilleur étalement de l'encre sur le support ainsi qu'une meilleure homogénéité de couleur. Si l'influence sur l'homogénéité n'est pas flagrante, elle montre tout de même que si l'on désire obtenir une qualité « all-over », une augmentation de pression est souhaitée.

L'angle de raclage joue, lui, un rôle plus minime. Son action concerne principalement la teinte de la couleur, qui sera plus prononcée dès lors que l'on diminuera l'angle.

La température de séchage n'a, quant à elle, aucune influence ou presque pas sur la qualité d'impression.

La dimension des cellules a également été étudiée. En utilisant des dimensions de cellules réduites, mais en conservant la même densité de cellules sur le cylindre, nous pouvons atteindre la situation de « presque point par point ». Les points imprimés présentent eux-mêmes des défauts (forme de lune par exemple).

En second lieu, les propriétés de l'encre sont un élément capital de la qualité d'impression, au-delà du fait qu'elle va donner la couleur au motif.

La viscosité est certainement, avec la vitesse d'impression, le paramètre le plus influent sur la qualité d'impression. Nous avons pu juger de la nette différence de qualité d'impression si l'on utilise une encre à faible viscosité et une encre à forte viscosité. Une forte viscosité apporte une distribution et une couleur plus homogène et, comme c'est également le cas pour la vitesse d'impression qui permet d'approcher une qualité « point par point ».

La tension de surface est un paramètre intéressant dans le sens où l'on peut approcher, suivant sa valeur, une qualité « point par point » ou une qualité « all-over », contrairement aux autres paramètres (excepté la pression du cylindre-presseur), où l'on peut tendre vers une qualité en faisant varier le paramètre dans un sens, mais sans pouvoir approcher l'autre qualité en le faisant varier dans l'autre sens. Il est ainsi apparu qu'une faible tension de surface permettait un bon étalement de l'encre sur le support, tout en apportant une bonne homogénéité de couleur. A l'inverse, une augmentation de la tension de surface diminue la mouillabilité de l'encre sur le support et permet de jouer en faveur d'une situation de « point par point ».

Ensuite, résumons l'influence des différents paramètres sur le support PVC enduit.

Il apparaît que le support enduit est moins sensible aux variations des différents paramètres. En effet, nous avons observé et mesuré que les deux paramètres les plus influents sont là aussi la vitesse d'impression et la viscosité de l'encre. Les interactions encre/substrat enduit sont plus importantes que celles avec le support calandré, ce qui explique que l'étalement d'une encre sera plus important sur le support enduit. Ainsi, il sera beaucoup plus difficile d'atteindre une situation de « point par point ». Cependant, en utilisant une encre avec une plus grande tension de surface, on diminuera sa mouillabilité, ce qui montre encore l'influence capitale de la tension de surface. Si on l'augmente, on aura la possibilité d'obtenir une qualité « point par point ». Nous avons également étudié l'influence de l'épaisseur, qui est minime. Ceci montre que c'est l'état de surface qui influence l'imprimabilité, ce qui est confirmé par l'étude de l'influence de la compressibilité combinée à celle de l'état de surface. Ce dernier cas a montré que l'étalement de l'encre est influencé par l'état de surface, dont les porosités se remplissent l'encre.

Nous devons également noter que les essais d'impression ont été effectués sur une machine pilote, qui possède des dimensions réduites par rapport au procédé industriel (d'un rapport 2,5 environ). La dimension du procédé peut avoir une influence sur la qualité d'impression, cependant cette influence n'a pas été étudiée dans ce travail.

La fin de ce travail de thèse a permis une ouverture sur l'étude du transfert de l'encre d'une ou plusieurs cellules vers un support. Une étude préliminaire a été menée où nous avons pu observer que la vitesse d'extraction de l'encre et les propriétés de l'encre ont une influence sur le transfert, plus précisément sur la décohésion de l'encre : une partie restant dans la cellule, l'autre se fixant sur le support. Il apparaît que la hauteur à décohésion est influencée par les trois paramètres modifiables : une augmentation de cette valeur apparaît lorsque l'on diminue la vitesse d'extraction et la tension de surface et lorsque l'on augmente la viscosité de l'encre.

Perspectives

Ce travail de thèse appelle à plusieurs études complémentaires. Nous pouvons noter plusieurs axes possibles.

Le premier axe est industriel. Comme nous l'avons évoqué précédemment, les essais d'impression ont été effectués sur un procédé pilote. Il est en effet difficile d'effectuer l'ensemble des essais directement sur le procédé industriel, pour des raisons évidentes de production, qui doit être continu pour maintenir la productivité. Cependant, il sera intéressant d'effectuer quelques essais d'impression sur le procédé industriel, avec le même support et les mêmes encres, afin de vérifier que les résultats obtenus au cours de ces travaux sont transposables en production.

Ensuite, toujours concernant l'aspect industriel, il sera intéressant d'étudier l'imprimabilité sur un support déjà imprimé. En effet, une ligne d'impression industrielle comporte plusieurs têtes d'impression et, hormis la première tête, les autres têtes impriment sur un support déjà imprimé. Ainsi étudier un support déjà imprimé et la mouillabilité d'une encre sur celui-ci permettra d'ajuster ensuite les propriétés des encres selon le support.

Concernant la méthode de quantification de la qualité d'impression, il sera intéressant de mesurer la distribution spatiale de l'encre sur le support, car les valeurs que nous avons données dans cette étude doivent être accompagnées d'une image du support imprimé. En quantifiant la distribution spatiale de l'encre sur le support, on aurait ainsi une valeur supplémentaire, soit un critère objectif supplémentaire.

Dans le cas de l'étude rhéologique des encres, nous n'avons caractérisé les encres qu'en cisaillement. Or nous avons montré que leur comportement au sein du procédé est plus lié à l'élongationnel qu'au cisaillement. Il sera ainsi intéressant d'effectuer des analyses rhéologiques en élongationnel, ce qui n'est pas chose aisée pour de tels fluides. Ainsi, nous aurions des informations plus précises sur les encres et il serait plus facile d'appréhender leur influence sur la qualité d'impression.

L'axe suivant concerne un paramètre concernant le support : la compressibilité. Dans notre cas, nous avons voulu modifier la quantité d'agent moussant pour garder une même épaisseur avec une compressibilité différente, mais il est apparu que l'état de surface en a été largement modifié. On a ainsi pu évoquer l'influence de l'état de surface, mais pas de la compressibilité seule. Il sera donc intéressant de trouver un moyen de modifier la compressibilité sans altérer l'état de surface.

Nous l'avons déjà évoqué lors de la comparaison entre les deux supports utilisés, l'impression sur le support enduit a montré un fort étalement de l'encre sur le support. Il sera intéressant de travailler avec des encres d'une plus forte tension de surface, afin de diminuer leur mouillabilité et de permettre d'obtenir une qualité « point par point ».

Enfin, le dernier axe concerne l'étude du mécanisme du transfert de l'encre. Ce manuscrit propose diverses influences, à travers la bibliographie, sur le transfert de l'encre, ainsi qu'une étude expérimentale préliminaire. Si quelques tendances ont pu être évoquées, cette étude est une ouverture à une étude plus complète sur le sujet : obtenir l'influence de

l'ensemble des paramètres (pression du cylindre presseur, support utilisé, forme et dimensions des cellules), ainsi que déterminer un moyen de mesurer la quantité d'encre transférée d'une cellule vers un support.

Références bibliographiques

Agassant, J.F., Avenas, P., Sergent, J.P., Vergnes, B., Vincent, M., *Mise en forme des polymères*, Lavoisier, Paris, 2014

Agassant, J.F., Espy, M., *Theoritical and experimental study of the molten polymer flow in the calender bank*, Polym. Eng. Sci. 25, 1985, 118-125

Agassant, J.F., Hinault, R., *Calandrage*, Techniques de l'Ingénieur, AM3663, 2001

Benkreira, H., Patel, R., *Direct gravure roll coating*, Chem. Eng. Sci. 48, 1993, 2329-2335

Benkreira, H., Patel, R., Edwards, M.F., Wilkinson, W.L., *Classification and analyses of coating flows*, J. Non-Newt. Fluid Mech. 54, 1994, 437-447

Bery, Y.A., *Mechanisms governing gravure printing*, Tappi Coating Conf., 1985, 149-159

Blasche, D.W., *Methods of cylinder engraving for gravure printing*, Tappi J., 76, 1993, 169-174

Bohan, M.F.J., Claypole, T.C., Gethin, D.T., *The effect of process parameters on product quality of rotogravure printing*, J. Eng. Man., 214, 2000; 205-220

Boissonnet, L., *Etude de l'impression par héliogravure*, rapport de projet, Mastère Spécialisé MATMEF, Ecole des Mines de Paris, 2007

Bristow, J.A., Ekman, H., *Paper properties affecting gravure print quality*, Tappi J., 64, 10, 1981, 125-128

Campanella, O.H., Cerro, R.L., *Viscous flow on the outside of a horizontal rotating cylinder: the roll coating regime with a single fluid*, Chem. Eng. Sci. 39, 1984, 1443-1449

Chevalier, C., *Ecoulements élongationnels de solutions diluées de polymères*, Thèse de Doctorat, Université Paris 6, 2009

Chuang, H.-K.,Lee, C-C., Liu, T-J., *An experimental study on the pickout of scaled-up gravure cells*, Intern. Polym. Proc. 23, 2008, 216-222

Darque-Ceretti, E., Felder, E., *Adhésion et adhérance*, Sciences et Techniques de l'Ingénieur, CNRS Editions, 2003

Deegan, R.D., Bakajin, O., Dupont, T.F., Huber, G., Nagel, S.R., Witten, T.A., *Contact line deposits in an evaporating drop*, Phys. Rev. E. 62, 2000, 756-765

Domenech, T., Zouari, R., Peuvrel-Disdier, E., Vergnes, B., *Formation of fractal-like structure in organoclay based polypropylene nanocomposites*, Macromol., 47, 2014, 3417-3427

Eklund, D., *Influence of blade geometry and blade pressure on the appearance of a coated surface*, 1984 Coating Conference, 1-3 May, Denver, Colorado, 37-43

Elsayad, S., Morsy, F., El-Sherbiny, S., Abou, E., *Some factors affecting ink transfer in gravure printing*, Pigm. Resin Techn., 31, 2002, 234-240

Fenoll, M., *Optimisation des paramètres d'impression pour l'électronique imprimée sur supports souples*, Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, 2007

Flamand, L., *Fatigue des surfaces*, Techniques de l'ingénieur, BM5055, 2013

Fowkes, F.M., *Attractive forces at interfaces*, Ind. Eng. Chem. 56, 1964, 40

Fowkes, F.M., Riddle Jr, F.L., Pastore, W.E., Weber, A.A., *Interfacial interactions between self-associated liquids and squalene used to rest equations for solid-liquid interfacial interactions*, Colloids Surf. 43, 1990, 367

Herschel, W., Bulkley, R., *Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollösungen*, Kolloid Zeit., 39, 1926

Hertz, H., *Uber die Berührung fester elasticher Körper*, J. Reine Angew. Math. 92, 1881, 156-171

Hoyland, R. W., Field, R., *A review of the transudation of water into paper - Part 4: Some principles of flow & their application to paper*, Paper Tech. Int., 17, 1976, 304

Hu, H, Larson, R.G., *Analysis of the effects of Marangoni stresses on the microflow in an evaporating sessile droplet*, Langmuir, 21, 9, 2005 a, 3972-3980

Hu, H, Larson, R.G., *Analysis of the microfluid flow in an evaporating sessil droplet*, Langmuir, 21, 9, 2005 b, 3963-3971

Hu, H, Larson, R.G., *Evaporation of a sessile droplet on a substrate*, J. Phys. Chem. B 106, 6, 2002, 1334-1344

Huang, W-X., Lee, S-H., Sung, H.J., Lee, T-M., Kim, D-S., *Simulation of liquid transfer between separating walls for modeling micro-gravure-offset-printing*, Int. J. Heat Fl. Flow 29, 2008, 1436-1446

Johnson, K.L., *Contacts Mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge, 1985

Kahila, S., Eklund, D., *Factors influencing the coat weight in blade coating with bevelled blades, practice and theory*, Tappi Conf., San Francisco, Californie, 1978, 13-29

Kapur, N., *A parametric study of direct gravure coating*, Chem. Eng. Sci. 58, 2003, 2875-2882

Kaza, G.L., *Etude de l'impression par héliogravure*, rapport de projet, Mastère Spécialisé MATMEF, Ecole des Mines de Paris, 2006

Kiparissides, C., Vlachopoulos, J., *Finite element analysis of calendering*, Polym. Eng. Sci. 16, 1976, 712-719

Kipphan, H., *Handbook of printing media*, Springer, Germany, 2001

Lee, J-W., Mun, K-K., Yoo, Y-T., *A comparative study on roll-to-roll gravure printing on PET and BOPP webs with aqueous ink*, Prog. Organ. Coat. 64, 2009, 98-108

Lee, S., Yang, N., *Analysis on the ink transfer mechanism in R2R application*, J. Mech. Sci. Techn. 24, 2010, 293-296

Lee, T-M., Lee, S-H., Noh, J-H., *The effect of shear force on ink transfer in gravure offset printing*, J. Micromech. Microeng., 20 (2010), Paper No. 125026

Lee, C.-C. Hu, S.-H., Liu, T-J., Tiu, C., *Three-dimensional observation on the liquid emptying process from a scaled-up gravure cell*, Intern. Polym. Proc. 27, 2012, 128-137

Levich, V.G., *Physicochemical hydrodynamics*, chap.12, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1962

Magnier, R., Agassant, J.F., Bastin, P., *Experiments and modelling of calender processing for shear thinning thermoplastics between counter rotating rolls with differential velocities*, Int. Polym. Proc. 28, 2013, 437-446

Mitsoulis, E., Vlachopoulos, J., Mirza, F.A., *Calendering analysis without the lubrication approximation*, Polym. Eng. Sci. 25, 1985, 6-18

Moulder, J.F., Stickle, W.F., Sobol, P.E., Bomben, K.D., *Handbook of X-Ray photoelectron spectroscopy*, Perkin-Elmer Corporation, USA, 1992

Owens, D.K., Wendt, R.C., *Estimation of the surface free energy of polymers*, J. Appl. Polym. Sci. 13, 1969, 1741

Rivière, B., *Optimisation du procédé de sérigraphie pour la réalisation de capteurs de gaz en couche épaisse*, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2004

Salahetdin, R., Eklund, E., *On the theory of blade coating*, Spring Advanced Coating fundamental Symposium, Chicago, Illinois, 2003

Sankaran, A.K., Rothstein, J.P., *Effect of viscoelasticity on liquid transfer during gravure printing*, J. Non-Newt. Fluid Mech. 175, 2012, 64-75

Sollogoub, C., *Etude du procédé d'extrusion couchage de films polymères sur tôles d'acier*, Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2003

Spiers, R.P., Subbaraman, C.V., Wilkinson, W.L., *Free coating of a Newtonian liquid onto a vertical surface*, Chem. Eng. Sci., **29**, 1974, 389-396

Takase, M., Katsumuto, R., Kegasawa, T., Kihara, S., Funatsu, K., *Numerical analysis of polymer melt flow in the nipping region*, Polym. Eng. Sci. 42, 2002, 836-842

Tay, A., *Dynamique du mouillage et du séchage d'une goutte d'eau sur un film de polymère hydrosoluble*, Thèse de Doctorat, Université Paris VI, 2009

Triantafillopoulos, N., Altug, N., *Experimental evaluation of the forces in bevelled blade coating*, Coating Conf., Atlanta, 1994, 77-98

Wang. J, Evans, J., *Drying behaviour of droplets of mixed powder suspensions*, J. Europ. Ceram. Soc., 26, 2006, 3123-3131

Wu, S., *Polymer Interfaces and Adhesion*, Marcel Deker, New York, 1982

Yin, X., Kumar, S., *Flow visualization of the liquid-emptying process in scaled-up gravure grooves and cells*, Chem. Eng. Sci. 61, 2006, 1146-1156

Zisman, W.A., *Relation of the equilibrium contact angle to liquid and solid constitution*, Adv. Chem. 43, 1964, 1-51

ETUDE ET OPTIMISATION DE L'IMPRIMABILITE DE FILMS PVC PRODUITS CALANDRAGE ET ENDUCTION

RESUME : La qualité d'impression est une notion difficile à maîtriser. L'œil est souvent utilisé en industrie comme outil permettant de juger la qualité d'un film imprimé sur support PVC. Afin d'atteindre un niveau supérieur de qualité, il est nécessaire de trouver un moyen pour quantifier la qualité d'impression et ainsi permettre d'atteindre soit une qualité dite « point par point », soit une qualité dite « all-over ». Plusieurs éléments ont été utilisés pour cette quantification : une image en microscopie optique de l'échantillon, ainsi qu'une valeur d'intensité moyenne et d'homogénéité de couleur, que l'on obtient grâce à un rugosimètre confocal. Ainsi, nous avons pu définir, pour un support mis en forme par calandrage et un support mis en forme par enduction, les paramètres majeurs agissant sur la qualité d'impression. En termes de procédé, il apparaît que la vitesse d'impression et la pression du cylindre presseur influencent grandement l'imprimabilité. Au niveau des matériaux utilisés, la viscosité et la tension de surface de l'encre ont un effet important alors que, en termes de support, un film calandré sera plus sensible aux variations des différents paramètres qu'un film enduit.

Mots clés : héliogravure, qualité d'impression, PVC, encre aqueuse, rhéologie, interaction liquide/solide

STUDY AND OPTIMIZATION OF THE PRINTABILITY OF PVC FILMS PRODUCED BY CALENDERING AND COATING

ABSTRACT: Printing quality is difficult to define and to control. In industry, eye is often used to judge the quality of a printed PVC film. In order to improve printing quality and to obtain either "point by point" or "all-over" aspects, it is necessary to find a way to quantify printing quality. In this work, we have used following elements: an optical microscopic image, and values of the average intensity and of the homogeneity of the color. We can thus define, for a calendered and for a coated substrate, the main parameters acting on the printing quality. Printing speed and pressure of the rubber roll are the two main efficient process parameters, viscosity and surface tension of the ink are the two main efficient ink properties. Finally, the calendered substrate is more sensitive to the variation of the parameters than the coated one.

Keywords : rotogravure, printing quality, PVC, aqueous ink, rheology, liquid/solid interaction

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY