

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Génie Chimique

Mémoire

En vue de l'obtention du grade de Master en Génie Chimique

Thème :

**« Etude des procédés d'extrusion des
thermoplastiques »**

Etudié par :

BOUBEKEUR Bachir

Soutenu le 19 juin 2014 devant le jury suivant :

Présidente :	F.MEZIANI	Maitre assistante A, ENP
Examineurs :	T.AHMED-ZAID	Professeur, ENP
	Y.TCHOULAK	Maitre assistante A, ENP
Rapporteurs :	A.MEFTI	Maitre de conférences A, ENP
	F.SOUAHI	Professeur, ENP

Promotion 2014

«دراسة عمليات بثقالبوليمراتالحرارية»

ملخص :

البثق هو الأداة لتحويلالبوليمراتالأكثر شيوعا , منبينهاالبوليمراتالحراريةتمتلكفئة خاصة التيتمنجانجلها تكييفخطوط هذا العملية . يتناول هذا العمل عمليات البثق المختلفة معمواصفات آليات وأساليبعملها، والتيتهدف إلى تحديد المزايا والعيوب من خلال التوازن الحراري وتحليل نوعيات مادة المحصل عليها .

الكلمات الرئيسية: البثق-البوليمرات-آليات-عملية-مراجعة

«Etude des procédés d'extrusion des thermoplastiques»

Résumé :

L'extrusion est l'outil de transformation des polymères le plus répandu, parmi ces polymères les thermoplastiques constituent une classe spéciale, pour laquelle des lignes de ce procédé ont été adaptées.

Le présent travail s'intéresse aux différents procédés d'extrusion, avec spécification des mécanismes, modes de fonctionnement, dans le but de déterminer les avantages et inconvénients à travers les bilans thermiques et l'analyse de la qualité de la matière obtenue.

Mots clés : Extrusion - polymères - mécanismes - procédé - bilan

«Study of thermoplastic extrusion processes»

Abstract :

Extrusion is the most common tool to transform polymers; thermoplastic polymers are a special class for which the lines of this process have been adapted.

The present work consists in the various extrusion processes study with mechanisms specification, operating principles, in order to determine the advantages and disadvantages through the thermal balance and the analysis of the material quality.

Keywords: Extrusion - polymers - mechanisms - process - balance

Remerciements

J'adresse mes chaleureux remerciements a mes professeurs A.MEFTI et F.SOUAHI pour m' avoir proposé ce sujet intéressant et pour m'avoir guidé pendant ce travail avec leurs conseils et remarques pertinentes.

je remercie plus particulièrement mes enseignants :

Pr. F.MEZIANI de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury.

Pr. T.AHMED-ZAID et Pr Y.TCHOULAK d'avoir accepté d'être membres du jury et de juger mon travail avec leurs colossaux backgrounds.

Enfin, je remercie tous les enseignants et le personnel du Département de Génie Chimique.

Table des matières

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	

INTRODUCTION GENERALE

Chapitre I : procédés d'extrusion monovis et bavis

I.1 Extrusion monovis.....	3
I.1.1 Description générale et principe de fonctionnement	3
I.1.2 Mécanismes	4
I.1.2.1 Zone de convoyage solide	4
I.1.2.2 Zone de fusion	5
I.1.2.3 Zone de pompage.....	6
I.1.3 Systèmes d'alimentation	7
I.1.4 Systèmes de filtration	7
I.1.5 Bilan énergétique	8
I.1.6 Le procédé SCAMIA	9
I.1.6.1 Description du procédé.....	9
I.1.6.2 Essais sur des flakes de PET.....	10
I.1.7 Avantages et inconvénients.....	10
I.2 Procédés d'extrusion bavis.....	12
I.2.1 Description générale	12
I.2.2 Les différents types d'extrudeuses bavis.....	13
I.2.3 Spécificités du procédé d'extrusion bavis.....	14
I.2.4 Bilan thermique	15
I.2.5 Estimation des temps de séjour	16
I.3 Avantages et inconvénients de l'extrusion bavis.....	17
I.4 Conclusion	17

Chapitre II : Procédés d'extrusion réactive

II.1 Définition et présentation	19
II.2 Spécificités de l'utilisation d'une extrudeuse comme réacteur continu	20
II.3 Conditions de mise en réaction	20
II.3.1 Le temps de séjour.....	21
II.3.2 Mécanisme de mélange	21
II.3.3 Stagnation.....	21
II.4 Avantages et inconvénients	22
II.5 Exemples d'applications industrielles	24

II.5.1 Recyclage des thermoplastiques.....	25
II.6 Conditions optimales de l'extrusion.....	25
II.6.1 Température du fourreau	26
II.6.2 Capacité du fourreau et temps de séjour.....	26
II.7 Conclusion.....	26
CONCLUSION GENERALE.....	27
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	28

Liste des tableaux :

Tableau I.1 :	Valeurs caractéristiques du coefficient de frottement polymère/acier.....	5
Tableau I.2 :	Configuration - Application au PET.....	10
Tableau I.3 :	Avantages et inconvénients de l'extrusion monovis.....	11
Tableau I.4 :	Spécificités du procédé bivis.....	15
Tableau I.5 :	Avantages et inconvénients de l'extrusion bivis.....	17
Tableau II.1 :	Avantages et inconvénients de l'extrusion réactive.....	24
Tableau II.2 :	Conditions Types d'extrusion des thermoplastiques.....	26

Liste des figures :

Figure I.1 :	Schéma de l'extrudeuse monovis.....	3
Figure I.2 :	Mécanisme de plastification.....	6
Figure I.3 :	Représentation locale déroulée du système vis-fourreau.....	7
Figure I.4 :	Plaque à trous / Différents tamis.....	8
Figure I.5 :	Ligne d'extrusion du procédé Scamia.....	10
Figure I.6 :	Exemples de défauts dus à un manque de mélange.....	11
Figure I.7 :	Schéma d'une extrudeuse bivis.....	12
Figure I.8 :	Les principales configurations d'extrudeuses bivis.....	13
Figure I.9 :	État de la matière au sein d'une extrudeuse biviscorotative.....	14
Figure II.1	Procédé d'augmentation de la masse molaire de polyesters aromatiques (PET).....	25

Liste des abréviations :

B_r	Nombre de Brinkman
\dot{w}	Puissance dissipée
\bar{t}	Temps de séjour moyen
C	Capacité thermique
E	Energie libérée
EMS	Energie spécifique
EVA	Ethylène Acétate de Vinyle
f	Coefficient de frottement.
h	Coefficient de transfert thermique
N	Vitesse de rotation des vis
PET	Polyéthylène téréphtalate
PMMA	Poly(méthacrylate de méthyle)
PP	Polypropylène
PTFE	Poly(tétrafluoroéthylène)
PVC	Polychlorure de vinyle
Q	Débit d'alimentation
Re	Nombre de Reynolds
η	Viscosité
λ	Conductivité thermique du polymère
ρ	Masse volumique du polymère
τ	Contrainte de cisaillement
τ_R	Taux de remplissage
γ	Taux de cisaillement

INTRODUCTION

Le principe de l'extrusion est très ancien, si on le fait remonter à la vis d'Archimède, il a été largement utilisé depuis fort longtemps, en particulier dans le domaine alimentaire (fabrication de saucisses ou de pâtes alimentaires). Dans le cas des matériaux synthétiques, le procédé a été appliqué dès le début du XXe siècle au domaine du caoutchouc, puis s'est largement développé depuis dans celui des matières thermoplastiques.

L'extrusion est de loin le plus important des procédés de mise en forme des polymères. Le principe de base de l'extrusion est l'utilisation d'une vis sans fin, qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique. Procédé continu, l'extrusion est utilisée pour fabriquer des produits finis ou des semi-produits de section constante (films, plaques, tubes, profilés...) par passage au travers d'un outillage appelé filière. Dans ce cas, les fonctions principales du procédé sont d'assurer la fusion du polymère solide, puis la mise en pression et le mélange du polymère fondu, afin d'alimenter dans de bonnes conditions la filière, qui donnera sa forme au produit fabriqué.

L'extrusion est aussi utilisée, en dehors de la mise en forme, pour des étapes de granulation, de recyclage ou de polymérisation. L'extrusion arrive en tête devant l'injection et les autres procédés de transformation avec environ 1,7 million de tonnes de matières consommées par an en France (**Riquelme E.,2012**).

Les producteurs de matières plastiques ont développé des grades adaptés à l'extrusion pour tous les types de polymères. Un polymère avec une masse molaire élevée et une structure amorphe est préféré pour l'extrusion. Pour l'extrusion-gonflage, une large distribution de masses molaires est requise.

Le présent travail a pour but de faire une étude approfondie des principaux procédés d'extrusion des polymères en faisant une description détaillée de chaque procédé. Pour ce faire nous nous appuyons sur les schémas, les descriptions des mécanismes, et modes de fonctionnement, les bilans matières et énergie, et enfin, les avantages et inconvénients de chaque procédé. Cette étude comparative pourrait constituer un outil d'aide à la décision dans le choix d'un procédé pour la mise en œuvre ou le recyclage d'un matériau donné.

Chapitre I :

Procédés d'extrusion monovis et bavis

I.1 Extrusion monovis :

I.1.1 Description générale et principe de fonctionnement :

Le schéma de principe d'une extrudeuse monovis est présenté sur la **fig. I.1**. Celle-ci comporte une vis sans fin V qui tourne à l'intérieur d'un fourreau cylindrique F, réglé en température par des systèmes de chauffe et de refroidissement. Le polymère sous forme solide (granulés, poudre) est introduit dans la trémie T située à une extrémité de la machine.

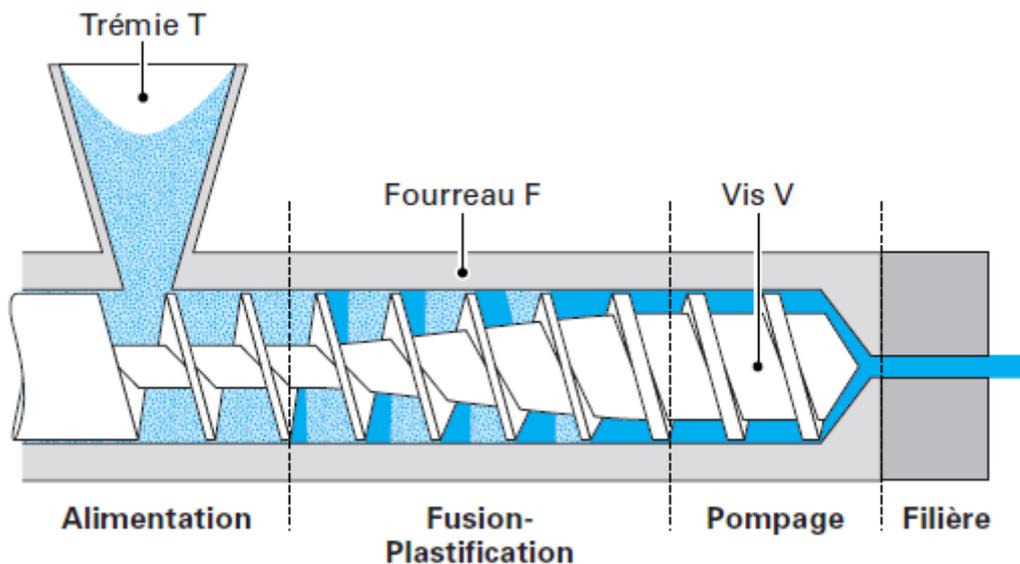


Figure I.1 : Schéma de l'extrudeuse monovis

La principale fonction de l'extrudeuse est de **convoyer le polymère**, de **le fondre** et de **le mettre en pression**, pour qu'il puisse franchir la filière placée à son extrémité. D'un point de vue industriel, on cherche à obtenir à la sortie de la machine un **débit régulier**, avec un **matériau homogène**, à la **température contrôlée**, et des **conditions de production satisfaisantes** (débit maximal, consommation énergétique limitée). Pour cela, la compréhension des mécanismes mis en jeu, ainsi que leur modélisation sont un point capital. D'après les observations qui ont été faites sur l'état du polymère dans la machine, on peut distinguer **trois zones phénoménologiques** (Vergnes B., 2002):

- ✓ la zone de **convoyage solide**, dans laquelle le polymère est entièrement solide ;
- ✓ la zone de **fusion**, dans laquelle coexistent du polymère encore solide et du polymère déjà fondu ;
- ✓ la zone de **pompage**, dans laquelle le polymère est totalement fondu.

L'énergie nécessaire à la fusion et à la mise en pression du polymère est issue de deux sources principales :

- l'**énergie mécanique**, fournie par la rotation de la vis, qui engendre des déformations au sein d'un milieu très visqueux ;
- l'**énergie thermique**, fournie par la régulation du fourreau.

Le rapport de ces deux termes est ce que l'on appelle le **nombre de Brinkman** :

$$B_r = \frac{\eta V_F^2}{\lambda (T_F - \bar{T})} \quad (I-1)$$

avec: η (Pa.s) viscosité,

V_F (m.s⁻¹) vitesse linéaire de la vis au sommet du filet,

λ (W.m⁻¹.°C⁻¹) conductivité thermique du polymère,

T_F (°C) température du fourreau,

\bar{T} (°C) température moyenne du polymère.

Ce nombre de Brinkman est généralement très supérieur à 1 dans le cas de l'extrusion monovis, ce qui montre que **l'apport d'énergie mécanique est prépondérant devant celui d'énergie thermique**. Cela est bien sûr lié à la très forte viscosité des polymères fondus (10³ à 10⁵ Pa.s) et à leur faible conductivité thermique (0,1 à 0,3 W.m⁻¹.°C⁻¹).

I.1.2 Mécanismes :

I.1.2.1 Zone de convoyage solide : Dans la zone d'alimentation, le comportement rhéologique du polymère, en granulé ou en poudre, est voisin de celui d'un « sable », avec une certaine cohésion et un certain angle de frottement interne. En fait, l'expérience montre qu'il est rapidement compacté par la pression et la température et qu'il se comporte alors comme un solide pratiquement indéformable, de forme hélicoïdale, glissant dans l'espace entre la vis et le fourreau (Vergnes B., 2002) : En fait, ce sont les forces de frottement entre le polymère, le fourreau et la vis qui vont conditionner le déplacement du solide. Le frottement est généralement décrit par la **loi de Coulomb** :

$$\tau = f.P \quad (I-2)$$

avec: τ (Pa) : contrainte de cisaillement qui s'exerce dans la direction opposée à la vitesse relative des deux solides,

P (Pa) : pression de contact, f : coefficient de frottement.

La loi de Coulomb est l'idéalisation d'une situation réelle beaucoup plus complexe où le coefficient de frottement (défini comme le rapport de la contrainte de cisaillement sur la contrainte normale) dépend non seulement du polymère considéré, mais aussi de la température, de la vitesse relative par rapport à la paroi, de l'état de surface, de la pression...

Tableau I.1: Valeurs caractéristiques du coefficient de frottement polymère/acier

Polyamide	0.25 à 0.45
PTFE	0.04 à 0.22
Polyéthylène	0.15 à 0.25
Polystyrène	0.50
PVC	0.50
PMMA	0.54
PET	0.54
PP	0.30
Polycarbonates	0.60 à 0.70

I.1.2.2 Zone de fusion :

La zone de fusion est une zone clé du procédé. C'est là en effet que se fait le passage de l'état solide à l'état fondu. Le contrôle du mécanisme de fusion permettra d'obtenir un produit sans infondus, homogène et exempt de dégradation.

- **Mécanisme de fusion:**

On pourrait penser que la fusion du polymère dans l'extrudeuse s'effectue de façon désordonnée. Des expériences, consistant à arrêter l'extrusion en régime permanent, à refroidir la machine, puis à prélever le polymère contenu entre la vis et le fourreau, montrent au contraire que la fusion se développe le plus souvent de manière ordonnée.

On observe généralement les faits suivants: (Vergnes B., 2002)

- le polymère fond en premier au contact du fourreau, formant un film liquide au-dessus du solide ;
- le film ainsi formé s'épaissit progressivement, puis il se forme une poche liquide à l'arrière du chenal (**fig.I.2**), qui s'élargit ensuite lorsque l'on progresse de l'arrière vers l'avant de la machine. Le solide forme corrélativement, à l'avant du chenal, un lit continu qui rétrécit de l'arrière à l'avant.

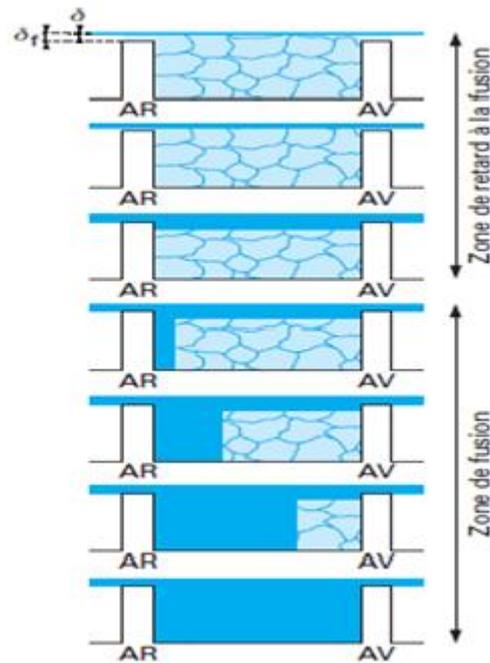


Figure I.2 : Mécanisme de plastification

Plus précisément, l'expérience met en évidence deux mécanismes successifs :

- la zone dite de « **retard à la fusion** », correspondant à la formation et à la croissance d'une couche de polymère liquide au contact du fourreau,
- la zone de **fusion proprement dite**, correspondant à l'accumulation progressive du polymère fondu le long du filet arrière.

I.1.2.3 Zone de pompage :

- Description de la zone de pompage :

La zone de pompage sert à porter le polymère à la pression nécessaire pour assurer l'écoulement dans la filière au débit voulu. Si l'on déroule le chenal de la vis et que l'on fait l'hypothèse du fourreau tournant, on obtient un écoulement de cisaillement dans une cavité parallélépipédique. La direction du cisaillement fait un angle θ avec l'axe du chenal de la vis (**fig. I.3**). Dans cette géométrie, on considère que l'écoulement peut se décomposer en deux écoulements indépendants (Vergnes B., 2002) :

- un écoulement transversal, dans un plan perpendiculaire au chenal de la vis ;
- un écoulement longitudinal, le long du chenal, en direction de la filière.

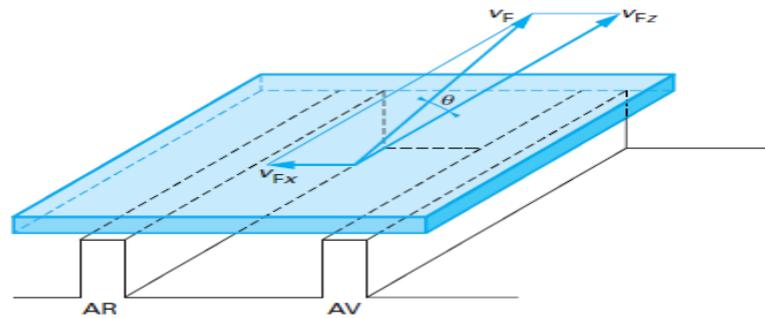


Figure I.3 : Représentation locale déroulée du système vis-fourreau

I.1.3 Systèmes d'alimentation: (Puissant S., 2003)

a) Système d'alimentation par gravité :

Le système d'alimentation le plus classique sur extrudeuse est effectué à l'aide d'une trémie dans laquelle les granulés de matière à extruder sont stockés. L'alimentation de la vis se fait alors par gravité. Sous la trémie de forme conique se trouve en général une colonne qui permet d'amener la matière jusqu'au-dessus de la vis. Au niveau de cette colonne peuvent être installés des systèmes doseurs fonctionnant sur le principe de la vis sans fin. Ces systèmes doseurs permettent d'introduire par exemple des quantités bien précises de colorants. La vitesse de rotation de la vis de ce système doseur étant réglée proportionnellement à la vitesse de rotation de l'extrudeuse, une quantité bien définie de colorant est ainsi introduite à tous les régimes de rotation de l'extrudeuse.

b) Système d'alimentation pondéral :

Lorsque l'on veut avoir un débit de granulés bien précis, on peut installer un système de dosage pondéral, qui permet, pour une vitesse de rotation donnée de l'extrudeuse, d'imposer un débit de granulés. Ce système pondéral ne peut être utilisé que dans le cas où le débit de l'extrudeuse alimentée par gravité est supérieur au débit voulu. Il permet en quelque sorte de sous-alimenter la machine. Il faut également souligner que, la plupart du temps, **la précision** d'un doseur pondéral est supérieure à celle d'une alimentation par gravité.

I.1.4 Systèmes de filtration :

- **Filtres et tamis :**

En bout de vis, on interpose, avant la filière, une plaque circulaire à trous, au diamètre de la vis, qui a pour rôle de filtrer la masse fondue. Dans sa version la plus simple, elle comprend un disque, percé de nombreux trous de faible diamètre (1 à 3 mm), devant lequel on place des toiles métalliques tissées superposées de plus en plus fines (**fig. I.4**).

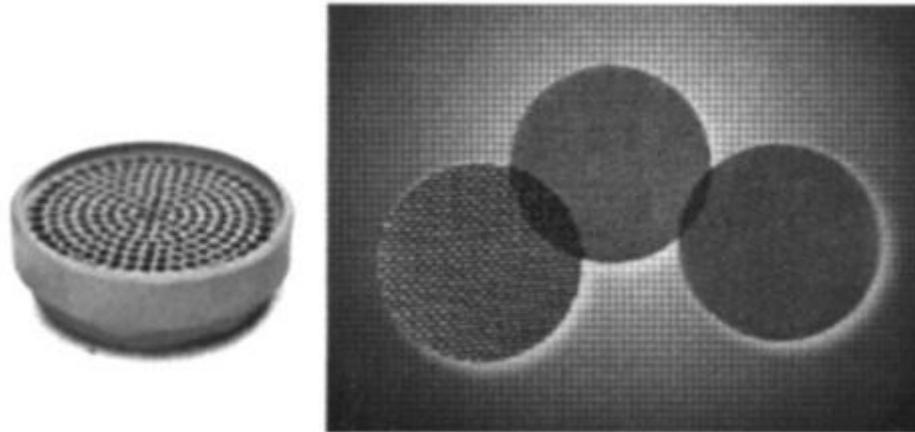


Figure I.4: Plaque à trous/ Différents tamis

Ces grilles ou tamis sont en général en acier inoxydable. On peut aussi utiliser des tôles micro perforées à la place des toiles tissées. Le rôle des filtres ne se limite pas à **purifier la masse fondue** de toute impureté. Ils permettent également de parfaire **l'homogénéisation** en augmentant la pression en fin de vis dans le cas de têtes à contre-pression faible. Ceci permet d'augmenter le débit de refoulement dans la zone de pompage. (Puissant S., 2003)

I.1.5 Bilan énergétique :

Il est très important de maîtriser les phénomènes thermiques dans l'extrudeuse car des températures et des temps de séjour élevés peuvent entraîner des risques de dégradation du polymère, et une température trop haute, donc une viscosité trop basse, risque de poser des problèmes de conformation de l'extrudât en sortie d'outillage.

Il est difficile de décrire précisément l'évolution de la température matière le long de l'extrudeuse, à cause des problèmes de changement de phase (passage solide/liquide) et de la complexité des écoulements. Il est toutefois utile d'avoir des informations sur les bilans énergétiques que l'on peut écrire sur ce type de système avec une approche en température moyenne. Si nous considérons l'ensemble de l'extrudeuse, un bilan macroscopique conduit d'après Puissant et Vergnes à :

$$c_l Q_m \Delta T + c_s Q_m (T_F - T_0) + Q_m \Delta H = \dot{W} + S_F h_F (T_F - T) + S_V h_V (T_V - T) \quad (I-3)$$

avec :

Q_m :	débit massique d'alimentation
ΔT (°C) :	évolution de température du polymère liquide,
\dot{W} :	puissance mécanique dissipée dans l'écoulement,
S_F, S_V (m ²) :	surfaces d'échange entre le polymère et le fourreau (resp. la vis),
T_F, T_V (°C) :	températures du fourreau et de la vis,
h_F, h_V (W.m ⁻² .°C ⁻¹) :	coefficients de transfert thermique entre le polymère et le fourreau/vis

Si la vis n'est pas régulée thermiquement, on la considère généralement comme adiabatique ($h_v = 0$). L'échauffement du polymère résulte alors d'un bilan entre l'énergie globale fournie mécaniquement, les échanges avec le fourreau et l'énergie nécessaire à la fusion :

$$\Delta T = \frac{EMS}{c_l} + \frac{S_F h_F (T_F - T)}{c_l Q_m} - \frac{\Delta H}{c_l} - (T_F - T_0) \frac{c_s}{c_l} \quad (\text{I-4})$$

avec :

$\dot{W} = EMS \cdot Q_m$, EMS (J.kg^{-1}) étant l'énergie spécifique.

Nous pouvons estimer l'ordre de grandeur de ces différents termes. Supposons :

$c_l = c_s = 2 \times 10^3 \text{ J.kg}^{-1} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$; $\Delta H = 80 \text{ kJ.kg}^{-1}$; $T_F = 150^\circ\text{C}$; $T_0 = 20^\circ\text{C}$, $Q_m = 100 \text{ kg.h}^{-1}$;
 $EMS = 600 \text{ kJ.kg}^{-1}$ (moyenne pour une vis de diamètre 80mm); $h_F = 300 \text{ W.m}^{-2} \cdot ^\circ\text{C}^{-1}$

on trouve : $\Delta T = 21^\circ\text{C}$

On constate que l'énergie dissipée est très importante et que la régulation thermique est indispensable dans ce cas pour assurer une température matière raisonnable.

I.1.6 Le procédé SCAMIA: (Chaffraix V., 2002)

C'est un procédé qui a été conçu pour la mise en forme des polyoléfinés. Ce procédé permet également de recouvrir d'une couche d'Éthylène Acétate de Vinyle (EVA) le mélange extrudé afin de l'embellir mais surtout d'assurer la lubrification dans le procédé. Pour cela, il repose sur la coextrusion concentrique des deux matériaux. Ainsi, une première extrudeuse, l'extrudeuse principale, assure le convoyage, la fusion et le mélange des deux matériaux tandis qu'une seconde extrudeuse traite l'EVA. Cette seconde extrudeuse est connectée perpendiculairement à la première par l'intermédiaire d'un bloc de répartition, permettant la distribution de l'EVA de manière uniforme autour du mélange fondu. Les deux matières pénètrent ensuite dans la filière froide destinée à refroidir le mélange et à le mettre en forme.

I.1.6.1 Description du procédé :

La ligne d'extrusion se compose donc de quatre éléments (**fig. I.5**) :

- l'extrudeuse principale
- l'extrudeuse secondaire
- le bloc de répartition
- la filière froide.

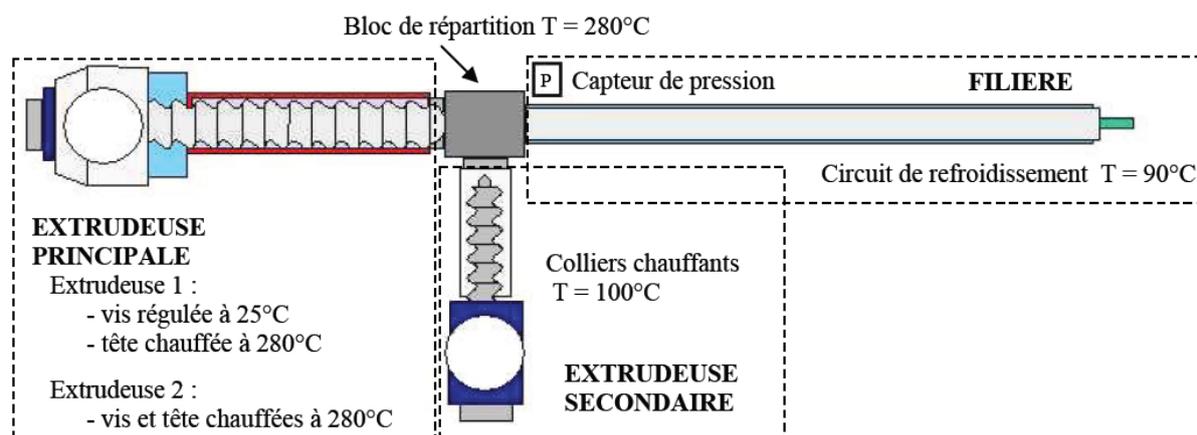


Figure I.5 : Ligne d'extrusion du procédé Scamia

I.1.6.2 Essais sur des flakes de PET :

Tableau I.2 : Configuration -Application au PET

Vitesse de rotation de vis (tr/min) Extrudeuse		Débit alimentation matière (kg/h)	Débit alimentation EVA (kg/h)	Pression (bar) sécurité : 250 bar
Matière	EVA			
68.8 à 78	13 à 17	0.8	0.049 à 0.068	150 - 250

Dans un premier temps, les joncs sont hétérogènes avec une couche d'EVA trop importante. Puis, lorsque l'on augmente la vitesse de rotation de la vis de l'extrudeuse, nous obtenons des parties de plus en plus homogènes avec une couche d'EVA régulière.

I.1.7 Avantages et inconvénients:

La qualification du degré de mélange peut se faire en extrudant une matière donnée additionnée d'une quantité bien définie de colorant. Des coupes sont faites dans le produit fini après refroidissement. Une observation à la loupe binoculaire permet d'avoir une image du nombre et de la taille des amas colorés. La façon d'obtenir ces échantillons et de quantifier leur niveau de mélange est décrite dans plusieurs normes :

- la norme internationale ISO 13949 (méthode d'estimation de la dispersion des pigments dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfin),
- la norme British Standard BS 2782 : Part 11 : Method 1106A : 1983,
- la norme australienne AS 1685-1984.

La figure I.6 donne deux exemples de défauts de mélange :

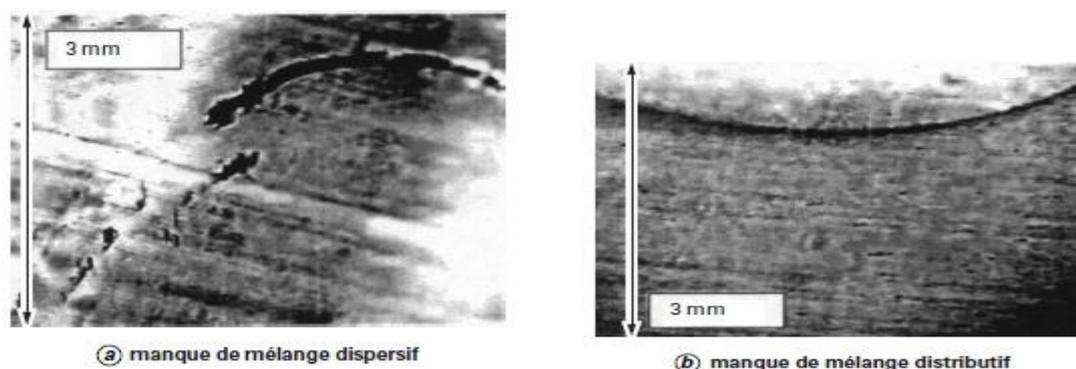


Figure I.6: Exemples de défauts dus à un manque de mélange

- les composants du matériau différents de la matrice principale restent en bloc (**a**): cela indique un manque de cisaillement de la partie colorée. On peut donc se retrouver avec des points colorés répartis de manière aléatoire (bon mélange distributif), mais séparés par de vastes parties de matrice non colorées (mauvais mélange dispersif) ;
- des changements de coloration se font de manière progressive mais localisée (**b**) : cela indique un manque de mélange distributif.

L'écoulement le long du chenal de l'extrudeuse, est peu efficace pour effectuer une opération de mélange. Pour pallier ce défaut, on utilise donc des éléments particuliers, appelés **éléments de mélange**, qui sont placés dans la zone de pompage ou en tête de vis. Les points de stagnation doivent être bannis afin d'éviter les zones mortes donnant des dégradations de la matière. Enfin, l'embout doit être facilement démonté par les opérateurs pour assurer le nettoyage.

Tableau I.3: avantages et inconvénients de l'extrusion monovis
(Riquelme E, 2012)

Points forts	Points faibles
Déchets mono matières	Mélanges complexe
Faible auto échauffement	Mauvaises dispersion et homogénéisation
Conception simple	Convoyage de la matière
Cout faible	Vis non modulaire
Nettoyage possible	Produit trop chaud ou trop froid
Transformation rapide et avec moins d'arrêts	Points de stagnation
	Défauts mécaniques et électriques
	Problèmes de variation du débit
	Écoulement peu efficace pour le mélange
	Apparition de bulles

I.2 Procédés d'extrusion bisis :

On parle d'extrusion bisis lorsque l'on a affaire à deux vis, généralement parallèles, tournant à l'intérieur d'un fourreau dont la section a la forme d'un huit. Sous le vocable très général d'extrusion bisis, on trouve toutefois des machines de conceptions très différentes et d'applications variées et spécifiques.

Alors que les machines **contrarotatives**, issues des mélangeurs internes pour l'industrie du caoutchouc ou le pétrissage de la pâte, sont apparues vers les années 1880, les extrudeuses **corotatives** sont nées vers 1935 en Italie. Depuis cette date, cette technologie n'a cessé de se développer et connaît actuellement une progression sans précédent. Dans ce qui suit, après avoir présenté les différents types d'extrudeuses bisis, nous décrivons en détail les caractéristiques techniques et le mode de fonctionnement des deux grandes familles de machines, les extrudeuses corotatives et les extrudeuses contrarotatives. (Chapet M., 2004)

I.2.1 Description générale :

Dans une extrudeuse bisis (Fig. I.7), on trouve assemblées sur un châssis unique les parties suivantes (Chapet M., 2004):

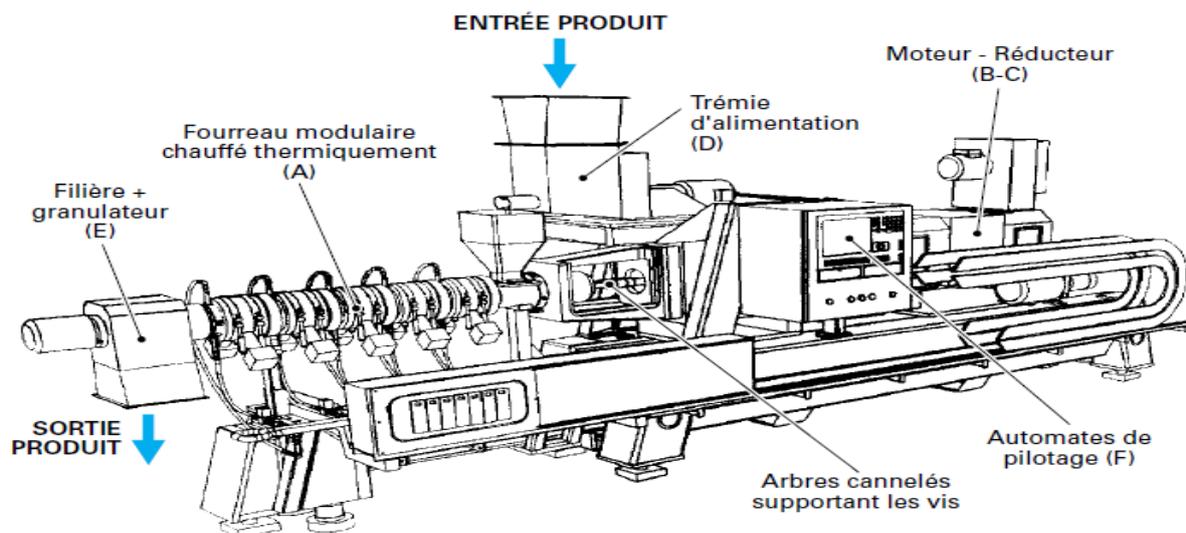


Figure I.7 Schéma d'une extrudeuse bisis

- l'ensemble vis-fourreau avec ses accessoires de chauffage et de refroidissement (A) ;
- le groupe d'entraînement (ensemble du réducteur, du diviseur de couple et du limiteur (B)
- le moteur principal (C) ;
- des dispositifs pour l'alimentation en matière (doseurs, D) ou pour son traitement (par exemple, dispositif de dégazage) ;
- un dispositif de coupe ou de mise en forme de la matière extrudée (filière), s'il y a lieu (E)
- pour la conduite de l'extrudeuse, une armoire de pilotage (F) qui réunit les variateurs des moteurs, les organes de démarrage et de sécurité, les dispositifs de régulation, de

commande, d'affichage et de mesure. Le châssis peut être un simple support des organes ci-dessus mais il peut également comporter un dispositif d'ouverture du fourreau, manuel ou assisté, permettant ainsi d'avoir facilement accès aux vis pour nettoyage, inspection ou maintenance. Le système d'ouverture le plus utilisé est constitué d'une glissière assurant le coulissement du fourreau par rapport aux vis, mais on trouve également des systèmes à ouverture en « portefeuille », où le fourreau est articulé autour d'une charnière latérale.

L'ensemble vis-fourreau constitue la partie active et assure le traitement de la matière. Le fourreau en constitue l'enveloppe extérieure. Le polymère à traiter, ainsi que les éventuelles charges et additifs, y sont introduites par un orifice d'alimentation principal et éventuellement des orifices secondaires, grâce à des dispositifs doseurs pour les solides ou grâce à des pompes pour les liquides. Le fourreau est régulé en température par l'association d'un chauffage, en général électrique, piloté par des sondes de contrôle de température, avec un dispositif de refroidissement, la plupart du temps à circulation d'eau. À l'intérieur du fourreau tournent les deux vis qui avalent la matière et la font progresser. (Chapet M., 2004)

La matière traitée sort de l'extrudeuse par son extrémité aval à travers une filière, elle-même fixée sur la pièce d'obturation de l'extrémité du fourreau appelée « plaque avant ». La filière peut être munie d'un couteau granulateur pour couper le produit directement à sa sortie et fabriquer des granulés ou des produits courts.

I.2.2 Les différents types d'extrudeuses bisis: (Vergnes B, Chapet M., 2004)

Les deux critères principaux permettant de classer les différents systèmes bisis sont explicités à la **fig. I.8** :

- ✓ le **sens de rotation** : les vis sont dites **corotatives** si elles tournent dans le même sens et **contrarotatives** si elles tournent en sens inverse l'une de l'autre. Bien entendu, cela a une importance capitale sur les conditions d'écoulement ;
- ✓ l'**interpénétration** : les vis sont dites interpénétrées lorsque le filet de l'une pénètre plus ou moins profondément dans le chenal de la vis voisine. On parlera alors de vis partiellement ou totalement interpénétrées. Dans le cas contraire, on aura affaire à des vis tangentes ou **non interpénétrées**.

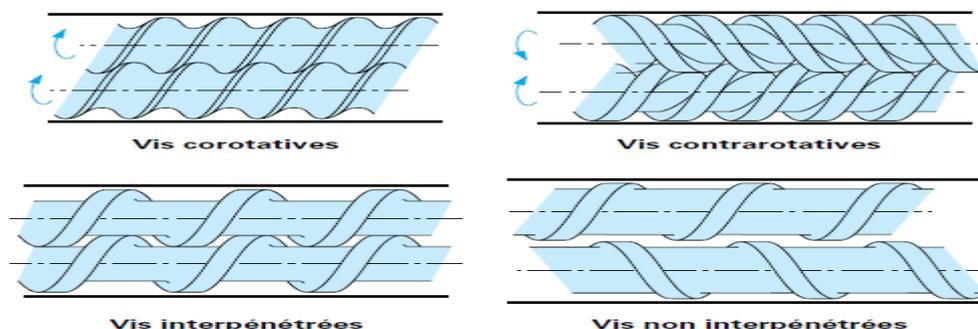


Figure I.8: Les principales configurations d'extrudeuses bisis

I.2.3 Spécificités du procédé d'extrusion bivis :

Comme pour tous les procédés d'extrusion, la machine est généralement alimentée en produit solide (poudre ou granulé), qui est d'abord convoyé, puis fondu ou plastifié, et qui s'écoule enfin à l'état fondu, avant d'être mis en pression pour passer à travers la filière. On retrouve donc en extrusion bivis les mêmes zones fonctionnelles qu'en extrusion monovis, mais avec certaines particularités.

Une des premières spécificités (Tableau I.4) est le **mode de convoyage** des produits solides. À la différence de l'extrusion monovis, où le convoyage se fait sous l'effet des forces de frottement s'exerçant entre les granules, la vis et le fourreau, le transport solide en extrusion bivis a lieu grâce à l'**effet de déplacement positif des vis interpénétrées**, qui agissent comme une pompe à engrenage. En conséquence, le transport solide peut se faire en l'absence de remplissage complet des chenaux de la vis et la plupart des machines bivis fonctionnent en n'étant que très partiellement remplies. (Vergnes B, Chapet M., 2004)

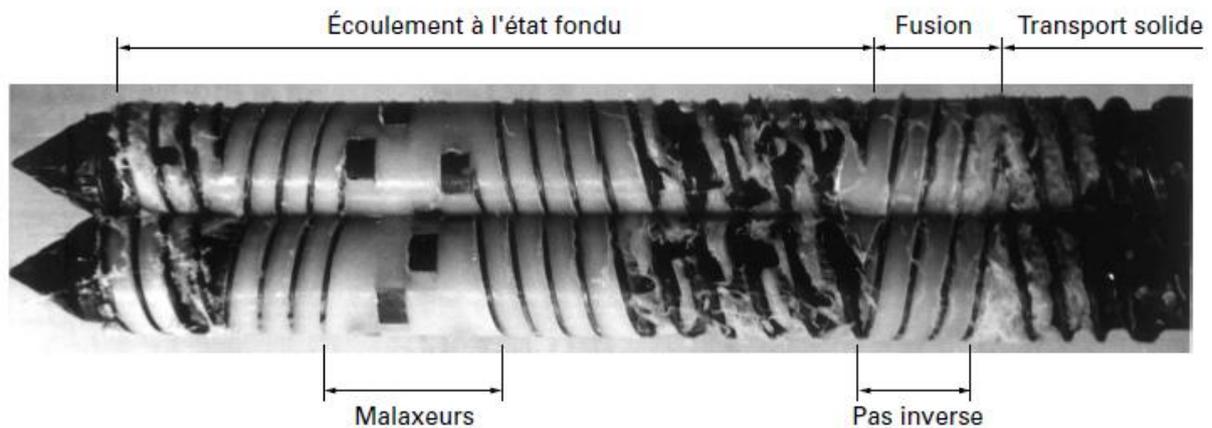


Figure I.9 : État de la matière au sein d'une extrudeuse bivis corotative

La figure I.9 illustre cette situation : sur cette vue prise après arrêt et extraction du fourreau sur une extrudeuse corotative, on observe, en fonction de la géométrie des vis, la succession de zones totalement et partiellement remplies. L'intérêt de ce mode de fonctionnement est qu'il permet un découplage plus ou moins important entre les deux paramètres de réglage de l'extrudeuse qui sont la vitesse de rotation des vis N et le débit massique d'alimentation Q_m . La modification conjointe de ces deux paramètres permet de jouer sur le taux de remplissage global de l'extrudeuse. En pratique, pour un profil de vis donné, le **taux de remplissage** est proportionnel au rapport Q_m/N .

Une deuxième spécificité de l'extrusion bivis, visible également sur la figure I.9, est la **rapidité du mécanisme de fusion**. En effet, et ceci est également vrai en configuration contrarotative, quelques centimètres suffisent pour passer du granulé solide à une matière totalement fondue.

Dans les systèmes corotatifs, la fusion est généralement assurée par un élément restrictif, c'est-à-dire un élément opposant à l'écoulement naturel de la matière vers l'aval. Sur la figure, il s'agit d'un élément à pas inverse.

Cela amène à la dernière particularité, surtout vraie pour les machines corotatives modulaires. Il s'agit de la **complexité géométrique du profil de vis**, liée à la grande variété d'éléments que l'on peut disposer le long des arbres cannelés. Ces éléments peuvent se regrouper en deux catégories principales :

- les éléments de vis, qui peuvent être à pas direct (convoyeur) ou à pas inverse (restrictif) ;
- les éléments de mélange, appelés aussi éléments malaxeurs.

Tableau I.4 : Spécificités du procédé bivis

le transport solide	-Sous l'effet de déplacement positif des vis interpénétrées -Peut se faire en l'absence de remplissage complet des chenaux
mécanisme de fusion	-Rapide
géométrie du profil de vis	-Complexe

I.2.4 Bilan thermique: (Chapet M., 2004)

Les phénomènes thermiques sont très importants en extrusion bivis, et leur prise en compte pose, comme en extrusion monovis, de nombreux problèmes. En particulier, vu la complexité des écoulements, une approche réaliste doit se limiter à une estimation de la température moyenne. Ce qui va conditionner l'évolution de la température de la matière au sein de l'extrudeuse, c'est d'une part la puissance dissipée par déformation, et d'autre part les échanges thermiques entre le fourreau et la vis. La puissance dissipée est de la forme :

$$\dot{W} = \eta \gamma^2 \quad (\text{I-5})$$

avec : \dot{W} (W.m^{-3}) puissance dissipée par unité de volume,
 γ (s^{-1}) taux de cisaillement.

La puissance échangée par convection avec les parois du fourreau et de la vis est de la forme :

$$\dot{q} = h(T_p - \bar{T})S \quad (\text{I-6})$$

h ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$): coefficient de transfert thermique,
 \bar{T} ($^{\circ}\text{C}$): température moyenne de la matière,
 T_p ($^{\circ}\text{C}$): température de la paroi,
 S (m^2): surface d'échange,

Un bilan global sur une chambre peut donc s'écrire :

$$c_V Q_{Ch} \Delta \bar{T} = h_F (T_F - \bar{T}) S_F + h_V (T_V - \bar{T}) S_V + \dot{W} \quad (\text{I-7})$$

avec c_V ($\text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$) capacité thermique volumique,

ΔT ($^{\circ}\text{C}$) écart de température le long de la chambre,

h_F, h_V ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$) coefficients de transfert thermique sur le fourreau et la vis,

S_F, S_V (m^2) surfaces d'échange avec le fourreau et la vis,

T_F, T_V ($^{\circ}\text{C}$) températures des parois du fourreau et de la vis,

\dot{W} ($\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$) puissance dissipée dans le volume de la chambre.

En première approximation, la puissance dissipée totale peut s'écrire :

$$\dot{W} = \eta \left(\frac{V_F}{H} \right)^2 V \quad (\text{I-8})$$

avec V volume de la chambre, et H la profondeur du chenal

Une des difficultés dans ce type d'approche est l'estimation des coefficients de transfert thermique. Si les vis ne sont pas régulées thermiquement, on a coutume de choisir des conditions adiabatiques pour celles-ci ($h_V = 0$). Il semblerait expérimentalement que les valeurs des coefficients de transfert thermique avec le fourreau se situent entre 100 et 1 500 $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ pour des machines entre 50 et 160 mm de diamètre et qu'elles soient plus élevées pour les vis de gros diamètre.

I.2.5 Estimation des temps de séjour :

Le temps de séjour est un paramètre important en extrusion bivis, surtout si l'on veut effectuer des réactions chimiques au cours du procédé. Vu la complexité des écoulements, le calcul d'une distribution de temps de séjour n'est pas chose facile. Par contre, il est assez aisé, d'avoir une estimation du temps de séjour moyen. On distinguera les zones remplies et les zones partiellement remplies.

Pour les **zones remplies**, le temps moyen est défini par :

$$\bar{t} = \frac{V}{Q} \quad (\text{I-9})$$

avec V (m^3) volume occupé,

Q (m^3/s) débit volumique traversant l'élément considéré.

En **zone non remplie**, la détermination du temps de séjour moyen est complexe car il dépend de plusieurs paramètres comme la vitesse de rotation des vis, la longueur de la chenal,...

I.3 Avantages et inconvénients de l'extrusion bivis :

Le tableau I.5 récapitule les principaux avantages et inconvénients spécifiques à l'extrusion bivis :

Tableau I.5 : Avantages et inconvénients de l'extrusion Bivis
(Riquelme E, 2012)

Avantages	Inconvénients
Monomatériaux et mélanges simples. Vis modulaires (t. de séjour..). Mélange dispersif et distributif. Alimentation régulière. Débit important. Efficacité de malaxage et de dispersion des charges et renforts. Emballages multicouches. Profil de vis adapté pour une meilleure homogénéisation. Amélioration du dégazage.	Mélanges complexes Autoéchauffement

I.4 Conclusion :

Afin de réduire les défauts de l'extrusion monovis et bivis dans les applications industrielles de transformation des polymères, il faut analyser en premier lieu :

- les mécanismes responsables de l'apparition de ces défauts
- les bilans de matière (qualité du mélange)
- les bilans de chaleur pour contrôler le profil de la température.

Chapitre II :

Procédés d'extrusion réactive

On a vu que l'extrusion est un procédé continu consistant à mettre en forme ou à transformer des polymères au sein d'un système vis/fourreau. Sauf quelques rares exceptions, les mécanismes impliqués sont purement thermomécaniques et tout processus chimique est à proscrire a priori. On parle d'extrusion réactive lorsque des transformations chimiques sont volontairement générées, de manière contrôlée. L'extrudeuse devient alors un véritable réacteur continu.

Après une présentation des spécificités, des avantages et inconvénients de l'utilisation de l'extrudeuse comme réacteur continu, les principales applications de cette technologie dans le domaine des matériaux polymères seront illustrées. Seront ensuite décrits les principes fondamentaux du procédé d'extrusion réactive.

II.1 Définition et présentation :

Rappelons tout d'abord que l'extrusion est un procédé continu dans lequel le cœur du dispositif est une extrudeuse. Celle-ci comporte une ou plusieurs vis sans fin tournant à l'intérieur d'un fourreau régulé en température par des systèmes de chauffage et de refroidissement. Le polymère y est introduit, souvent à l'état solide, sous forme de granulés ou de poudre.

Les principales fonctions de l'extrudeuse sont d'avaloir le polymère, de le convoier, de le fondre, de l'homogénéiser et de le mettre en pression, pour qu'il puisse finalement franchir la filière placée à son extrémité. (Berzin F., 2004)

Les lignes d'extrusion sont **principalement utilisées** pour :

- la fabrication de produits finis ou semi-finis tels que des tubes, des plaques et profilés divers ;
- **le recyclage des thermoplastiques**;
- la granulation de polymères ;
- la purification de polymères par élimination de produits volatils ;
- l'incorporation d'adjuvants, d'additifs, de charges... au sein de polymères ;
- **la dernière étape d'une chaîne de polymérisation**, afin d'augmenter le taux de conversion de systèmes de polymérisation dont la viscosité est très élevée et pour lesquels les réacteurs de polymérisation classiques sont inadaptés.

On notera que les quatre premières applications n'impliquent généralement que des phénomènes thermomécaniques et que tout processus de nature chimique y est à proscrire.

En revanche, l'extrusion réactive met en jeu, outre des phénomènes thermomécaniques, des réactions chimiques volontairement induites, et peut donc être définie comme un procédé dans lequel **des processus chimiques sont générés au sein d'une extrudeuse en vue d'une transformation contrôlée des polymères**. Il s'agit ainsi d'un procédé complexe couvrant deux domaines distincts (la chimie et l'extrusion des polymères) en une seule opération.

D'outil de transformation des polymères le plus répandu, l'extrudeuse devient un véritable réacteur chimique.

II.2 Spécificités de l'utilisation d'une extrudeuse comme réacteur continu :

En tant que réacteur chimique, une extrudeuse présente deux spécificités essentielles : sa **géométrie** et l'**absence totale** (ou presque) de **solvants/diluants**. L'extrusion réactive se distingue alors d'autres procédés chimiques par de nombreux aspects.

Ainsi, une extrudeuse a une **très grande capacité de plastification, de transport, de mélange et de décharge** du polymère. Cette caractéristique constitue la différence essentielle entre un réacteur de type extrudeuse et d'autres types de réacteurs chimiques.

De plus, en général, le rapport longueur sur diamètre (L/D) d'une extrudeuse est compris entre 15 et 50. Sauf conceptions spécifiques, l'utilisation d'une extrudeuse monovis standard ne génère qu'un niveau de recirculation limité, ce qui permet d'assimiler grossièrement cet équipement à un **réacteur de type piston**.

Bien que l'extrusion réactive puisse être réalisée avec une extrudeuse monovis, on préfère généralement utiliser une **extrudeuse bivis corotative**, en raison de son caractère **modulaire**. Dans ce cas, en effet, les vis et le fourreau sont réalisés par assemblage en série de modules élémentaires dont le séquençage et/ou les caractéristiques géométriques peuvent être facilement modifiés, permettant ainsi d'intégrer des fonctions spécifiques et/ou d'adapter (les capacités d'avalement, de fusion, de mélange, de transport, de dévolatilisation...) et donc la performance du réacteur à chaque problème industriel particulier. (Berzin F., 2004)

II.3 Conditions de mise en réaction :

Un procédé d'extrusion réactive implique bien souvent **deux ou plusieurs composants**. Les lieux de réaction peuvent être différents selon le degré de miscibilité, rendant les **systèmes utilisés thermomécaniquement et chimiquement complexes**. En particulier, si tous les composants impliqués dans le système sont totalement immiscibles les uns par rapport aux autres, la réaction peut intervenir qu'aux interfaces (interphases).

De plus, les **conditions de mise en réaction** dans une extrudeuse sont celles rencontrées en extrusion classique, c'est-à-dire **extrêmes**. Du fait de l'absence totale ou de la présence de faibles quantités de diluants, la **température de réaction** et la **viscosité** du système sont **élevées**. La forte viscosité implique que la pression doit être suffisamment importante pour que le système puisse s'écouler. Généralement, la température varie entre 100 et 400 °C, la viscosité du système entre 10 et 104 Pa.s et la pression est comprise entre 1 et 20 MPa.

D'autre part, une extrudeuse a une **capacité de transfert thermique limitée**, essentiellement due à la faible diffusivité thermique des polymères fondus $\approx 10^{-7} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Celle-ci est directement liée au fait que la conductivité thermique des polymères fondus est faible (aux

alentours de $0,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{C}^{-1}$), alors que leur capacité thermique $\approx 2 \cdot 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{C}^{-1}$ est du même ordre de grandeur que celle de fluides usuels. (Berzin F., 2004)

II.3.1 Le temps de séjour :

Le temps de séjour moyen d'un matériau traversant un réacteur continu comme une extrudeuse est le rapport entre le volume occupé par la matière et le débit de la machine. Le volume effectif étant faible alors que le débit souhaité est aussi élevé que possible, le **temps de séjour moyen** est nécessairement **court**, de l'ordre de quelques secondes à quelques minutes. Par ailleurs, compte tenu du faible taux de recirculation, la distribution des temps de séjour est étroite. (Berzin F., 2004)

II.3.2 Mécanisme de mélange :

Du fait de la forte viscosité des systèmes polymères, le **mécanisme principal de mélange** est de type **laminaire**. Le mécanisme de turbulence est absent (nombre de Reynolds évanescent) et celui de diffusion inefficace, car trop lent. Le caractère viscoélastique des polymères fondus peut de plus jouer des rôles particuliers. Aussi, les principes et les techniques de mélange des systèmes polymères peuvent être différents de ceux des fluides classiques. Ainsi, dans une extrudeuse, l'efficacité du mélange est essentiellement déterminée par les taux de cisaillement et les contraintes. De même, la forte viscosité des polymères fondus ($\eta = 10$ à $10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$) couplée au taux de cisaillement élevé (à 100 s^{-1}) dans l'extrudeuse implique que la **dissipation visqueuse** P_η (correspondant à la conversion de la puissance mécanique en puissance thermique) est **importante** (de 10^3 à $10^6 \text{ kW} \cdot \text{m}^{-3}$). Celle-ci est en effet reliée au taux de cisaillement et à la viscosité du milieu par l'expression suivante : la puissance dissipée par unité de volume exprimée en ($\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$) : (Koopmans R., 2002)

$$P_\eta = \eta \dot{\gamma}^2 \quad (\text{II-1})$$

avec

η (Pa·s) viscosité,
 $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) taux de cisaillement.

Elle peut engendrer une élévation considérable de la température de la matière pouvant éventuellement conduire à une dégradation de sa structure moléculaire.

II.3.3 stagnation :

En extrusion, la **décharge du polymère est relativement facile**. Cet avantage est lié au fait que les zones de stagnation dans une extrudeuse sont relativement limitées par rapport à celles des réacteurs classiques de polymérisation. Certains types d'extrudeuses, comme les extrudeuses biviscorotatives interpénétrées, dont l'arête des filets d'une vis est systématiquement en contact avec la surface de l'autre vis, présentent même un caractère autonettoyant.

II.4 Avantages et inconvénients :

Les avantages et les inconvénients de l'extrusion réactive résultent directement des caractéristiques décrites précédemment.

✓ **Avantages :**

- **L'absence totale (ou la présence de faible quantité) de solvants dans le procédé** constitue un avantage évident puisqu'il permet d'épargner le coût des produits eux-mêmes et celui lié à leur stockage, purification, séparation et récupération...

- De plus, les bénéfices en termes de **protection de l'environnement**, de **sécurité** et de **sûreté du procédé** sont considérables. En effet, un réacteur de polymérisation classique, au contraire d'une extrudeuse, ne peut traiter des systèmes de forte viscosité, d'où la nécessité de leur dilution dans un solvant dont le volume est de un à vingt fois supérieur à celui du polymère final (certaines grandes lignes de production industrielle peuvent consommer des dizaines de tonnes de solvants par jour). (Berzin F., 2004)

- **La plage de conditions de mélange et de mise en réaction accessibles est par ailleurs plus étendue** en extrusion réactive que dans un réacteur classique. En effet, une extrudeuse est capable de mélanger et de mettre en réaction à la fois des réactifs de forte viscosité (PET) et des réactifs de faible viscosité (de type petite molécule). De plus, elle peut fonctionner à des températures élevées ou relativement faibles, ou encore avec des gradients thermiques importants. La température de mélange et de réaction sera importante si l'on met en oeuvre des polymères dont les températures de fusion ou de transition vitreuse sont élevées (100 à 300 °C). Cependant, une température excessive peut pénaliser le contrôle de la sélectivité de la réaction, engendrer des problèmes liés à la détérioration de réactifs ou de produits sensibles thermiquement.

- Enfin, une extrudeuse peut fonctionner sous pression élevée (pour les réactions impliquant des catalyseurs et/ou des réactifs à faibles points d'ébullition ou à l'état gazeux) ou sous vide poussé (si des produits parasites volatils doivent être éliminés afin de purifier le produit principal ou déplacer l'équilibre d'une réaction en faveur de la formation du produit principal).

• L'extrudeuse est un **réacteur de choix pour l'élaboration des mélanges de polymères et de composites** dont le contrôle de la morphologie et des interfaces est facilité par l'absence de solvants (vulcanisation dynamique d'élastomères thermoplastiques ou fabrication de nanocomposites).

✓ **Inconvénients:**

Comme tout procédé industriel, à côté des avantages décrits ci-dessus, l'extrusion réactive présente également certains inconvénients :

- Ainsi, l'extrudeuse monovis est conçue pour transporter et mélanger des fluides de forte viscosité. En revanche, sa **capacité de transport et de mélange est limitée lorsque les réactifs et/ou produits mis en jeu sont de faible viscosité.**
- Par ailleurs, comme le temps de séjour est court, l'emploi d'une extrudeuse en tant que réacteur se **limite à des réactions chimiques rapides.** Ceci réduit considérablement le nombre de systèmes chimiques pouvant être traités par un procédé d'extrusion réactive.
- le principal mécanisme de mélange, en milieu de forte viscosité, est laminaire car le processus de diffusion moléculaire peut être très lent. C'est notamment le cas lorsqu'il s'agit de réactions en milieu polymère fondu. (Koopmans R., 2002)
- De plus, chauffer un polymère dans une extrudeuse est relativement facile, alors que le refroidir ne l'est pas. Cela peut s'expliquer en examinant le bilan thermique sur le polymère au sein de l'extrudeuse qui s'écrit de la manière suivante : (Berzin F., 2004)

$$\rho c_p (T_2 - T_1) = E_f + E_\eta + E_r - E_c \quad (\text{II-2})$$

avec :

ρ (kg.m ⁻³) :	masse volumique du polymère,
c_p (J.kg ⁻¹ .°C ⁻¹) :	capacité thermique massique à pression constante,
T_1 (°C) :	température initiale,
T_2 (°C) :	température finale,
E_f (J.m ⁻³) :	énergie volumique transmise par conduction à travers le fourreau,
E_η (J.m ⁻³) :	énergie due à la dissipation visqueuse,
E_r (J.m ⁻³) :	énergie libérée par la réaction,
E_c (J.m ⁻³) :	énergie évacuée par le système de refroidissement.

Lors du chauffage, les termes E_f , E_η et E_r contribuent tous à l'élévation de la température du polymère. Lors du refroidissement, seule le terme E_c contribue à la baisse de température. Le contrôle de celle-ci peut devenir un problème majeur dans le cas de réactions très exothermiques et rapides. C'est le cas par exemple de la polymérisation de monomères vinyliques. La quantité de chaleur dégagée par la transformation d'une mole d'une double liaison carbone-carbone en une simple liaison correspondante varie entre 50 et 90 kJ.mol⁻¹. Plus la masse molaire du monomère est faible, plus la quantité de chaleur par unité de masse est élevée. La conversion du styrène en polystyrène peut atteindre 700 kJ.kg⁻¹.

Cette quantité de chaleur est simplement trop grande par rapport à la capacité de refroidissement d'une extrudeuse, même de petite dimension. Sur une extrudeuse de type pilote

ou industrielle, le risque d'emballement thermique est ainsi très important. Si la polymérisation était conduite sous conditions adiabatiques, l'augmentation de la température pourrait atteindre plusieurs centaines de degrés. Cela signifie que le système de polymérisation serait rapidement carbonisé. **Ainsi, l'extrusion réactive est limitée aux systèmes réactifs dont la chaleur dégagée peut être maîtrisée.**

Le Tableau II.1 récapitule les principaux avantages et inconvénients de l'utilisation de l'extrusion réactive :

Tableau II.1 : Avantages et inconvénients de l'extrusion réactive
(Riquelme E, 2012)

Avantages	Inconvénients
- Absence de solvants : coût, stockage, purification, séparation et récupération, protection de l'environnement, sécurité et sûreté - Capacité à traiter des polymères fondus de forte viscosité - Bonnes conditions de mélange et de mise en réaction : fonctionne avec des gradients thermiques importants, pression élevées... - Équipement flexible et à usages multiples - Elaboration des mélanges de polymères et de composites - Mélange dispersif et distributif - Alimentation régulière - Débit important	- Capacité de transport et de mélange limitée - Limitée à des réactions chimiques rapides - Difficile d'obtenir un copolymère pur - Handicap pour le contrôle de la sélectivité de certains types de réactions - limitée aux systèmes réactifs avec chaleur dégagée maîtrisée - Mélanges complexes - Autoéchauffement

II.5 Exemples d'applications industrielles :

Quand ses caractéristiques et avantages sont mis à profit et ses inconvénients minimisés, l'extrusion réactive peut ouvrir la porte à de nombreuses possibilités, permettant d'élaborer de nouveaux produits qui ne pourraient être obtenus de manière convenable ou acceptable économiquement par l'emploi de réacteurs plus conventionnels. Parmi les applications industrielles de ces procédés on peut citer :

- Polymérisation en masse
- Modification chimique de polymères
- Modification rhéologique de polymères
- Compatibilisation de mélanges de polymères
- Vulcanisation dynamique
- **Élaboration de composites thermoplastiques**
- **Recyclage de polymères**

II.5.1 Recyclage des thermoplastiques : (Berzin F., 2004)

L'extrusion réactive peut être un procédé de choix pour le recyclage et la revalorisation de certains polymères en fin de vie. Par exemple, les polyesters aromatiques comme le **PET** sont des polymères techniques dont les applications sont nombreuses et diverses. Ils sont produits par des réactions de polycondensation. Pour des raisons techniques, thermodynamiques et/ou cinétiques, les hautes masses molaires qui sont nécessaires pour certains types d'applications sont difficiles à atteindre par un procédé de polycondensation classique. Par ailleurs, les polyesters subissent des effets thermiques et photochimiques pendant l'étape de mise en forme ou pendant leur période d'emploi pouvant engendrer le clivage des chaînes et donc une diminution de leur masse molaire. La présence de traces d'eau accélère considérablement ce processus.

Un procédé d'extrusion réactive peut permettre d'augmenter la masse molaire des polyesters et, en particulier, celle du **PET**. La chimie mise en jeu peut, par exemple, reposer sur les réactions d'un phosphonate avec les deux fonctions carboxylique et hydroxyle terminales des polyesters. L'extrudeuse préconisée est une extrudeuse **biviscorotative autonome**. Elle est divisée en plusieurs zones fonctionnelles : zone d'alimentation, zone de fusion et de réaction, zone(s) de dévolatilisation et zone de décharge (**fig. II.1**).

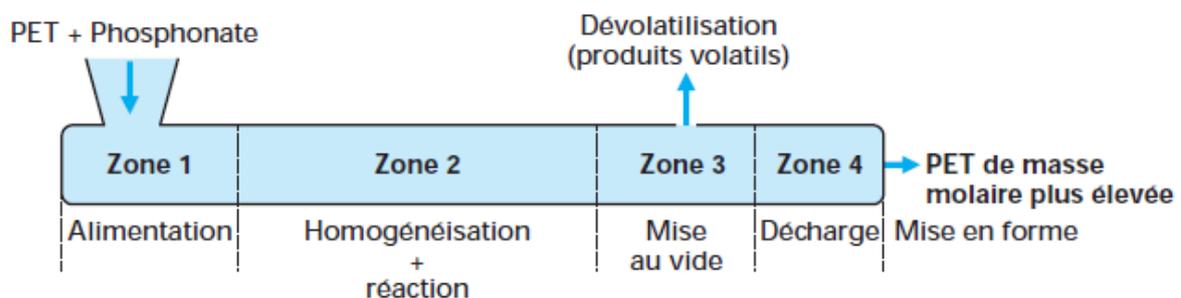


Figure II.1 Procédé d'augmentation de la masse molaire de polyesters aromatiques (PET)

Le nombre de zones de dévolatilisation peut varier entre un et trois. Elles ont pour objet d'éliminer les produits volatils, ce qui permet non seulement de limiter l'hydrolyse et de déplacer l'équilibre en faveur de l'augmentation de la masse molaire du polyester, mais aussi de le purifier. Par ailleurs, il n'est pas nécessaire de sécher les polyesters, les copolyesters ou leurs recyclats avant le procédé d'extrusion réactive.

II.6 Conditions optimales de l'extrusion : (Victrex, 2012)

Les polymères thermoplastiques peuvent être extrudés en utilisant une extrudeuse monovis ou bivis, avec ou sans des zones de réactions (réactive), dans les conditions optimales suivantes :

II.6.1 Température du fourreau :

Le réchauffage de fourreau doit permettre d'atteindre une température de **400° C** et de maintenir la température fixée à ± 2 °C. Les éléments chauffants en aluminium coulé ne conviennent donc pas et doivent être remplacés par des résistances en céramique ou en alliage pour hautes températures. Les éléments chauffants du cylindre doivent couvrir toutes les surfaces métalliques visibles pour assurer une répartition uniforme de la température. Les zones qui ne peuvent pas être chauffées directement doivent être recouvertes d'une isolation thermique pour hautes températures afin d'empêcher la formation de points froids.

II.6.2 Capacité du fourreau et temps de séjour :

Les dimensions et la puissance de l'extrudeuse doivent être telles que le temps de séjour de la matière soit le plus court possible et compris entre **5 à 10 minutes**. Il ne doit y avoir aucun point mort, en d'autres termes, d'espaces autour des brides ou d'obturations mal ajustées. Toutes les surfaces internes doivent être nettoyées et polies avant de commencer l'extrusion.

Tableau II.2 : Conditions Types d'extrusion des thermoplastiques

Vis	32mm de diamètre		
Filière	Filière plate de 300mm		
Vitesse de rotation de la vis	40 tr/min		
Filtres	2 couches de tamis maillés en acier inoxydable		
	Arrière	milieu	Avant
Température du fourreau	340°C	375°C	375°C
Température de la filière		380°C	

II.7 Conclusion :

Les conditions particulières de réaction rencontrées dans ce procédé (absence de solvant, hautes températures) constituent les principaux avantages, mais d'autre part (milieu concentré, temps de séjour limité) font que seules les réactions peu exothermiques et suffisamment rapides peuvent être menées à bien dans ce type de réacteur.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail a été d'aborder les procédés d'extrusion, qui représentent les plus importants procédés de mise en forme des polymères vu que ces derniers se sont largement développés ces dernières années dans le domaine des matières thermoplastiques comme le PET utilisé dans l'emballage alimentaire.

Afin d'étudier ces procédés, on s'est appuyé sur les mécanismes, descriptions et modes de fonctionnement afin de mieux comprendre les phénomènes qui s'y déroulent.

Comme pour tout procédé, l'intérêt est d'avoir des conditions de production satisfaisantes (débit maximal, consommation énergétique limitée). Ceci s'explique à travers l'analyse des bilans matières et énergie.

Pour l'extrusion monovis et bivis, trois phénomènes essentiels sont observés, à savoir le convoyage du solide, la fusion et le pompage. Mais à travers l'analyse du bilan énergétique on constate que l'énergie dissipée est très importante et que la régulation thermique est indispensable pour assurer une température matière raisonnable et éviter une dégradation de sa structure moléculaire. L'écoulement le long du chenal de l'extrudeuse, est peu efficace pour effectuer une opération de mélange. Pour pallier ce défaut, on utilise donc des éléments particuliers, appelés éléments de mélange.

En ce qui concerne l'extrusion réactive, qui présente des spécificités de géométrie et d'absence de solvant, ce qui constitue un avantage évident. On la considère comme réacteur de choix pour l'élaboration des mélanges de polymères et de composites.

Cependant les conditions de mise en réaction diffèrent des réacteurs classiques, ainsi le temps de séjour moyen est nécessairement court, de l'ordre de quelques secondes à quelques minutes, ce qui la limite à des réactions chimiques rapides.

Par ailleurs la décharge du polymère est relativement facile. Cet avantage est lié au fait que les zones de stagnation dans une extrudeuse sont relativement limitées. D'autre part l'abaissement de la température est difficile. Le contrôle de celle-ci peut devenir un problème majeur dans le cas de réactions très exothermiques et rapides, ce qui limite son application à des systèmes réactifs dont la chaleur dégagée peut être maîtrisée.

Enfin l'extrusion réactive peut être un procédé de choix pour le recyclage et la revalorisation de certains polymères et spécialement le PET puisqu'elle permet d'augmenter sa masse molaire et ainsi d'améliorer sa qualité, grâce aux zones de dévolatilisation, ces zones ont aussi pour objet d'éliminer les produits volatils et de limiter l'hydrolyse.

Références bibliographiques :

- **Berzin F, 2004** : «Procédés d'extrusion réactive », Techniques de l'ingénieur am3654
- **Chaffraix V, 2002** : «Etude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de ses mélanges non-compatibilisés avec le polyéthylène haute densité application au recyclage», thèse de doctorat Ecole des mines de Paris.
- **Chapet M, 2004** : «Extrusion : Procédés d'extrusion baxis », Techniques de l'ingénieur am3653.
- **Koopmans R, 2002** : «Défauts d'extrusion : Traité Plastiques et Composites », Techniques de l'ingénieur am3 657
- **Puissant S, 2003** : «Extrusion monovis (partie 2)», Techniques de l'ingénieur am3651.
- **Riquelme E, 2012** : «Projet Vallée Verte: valorisation des Déchets Industriels Plastiques de Production (DIPP) »
- **Vergnes B, 2001** : «Extrusion - Extrusion monovis (partie 1)», Techniques de l'ingénieur am3650
- **Victrex, 2012** : «Guide des transformations des polymères», Documentation complète de la mise en oeuvre du polymère hautes performances VICTREX PEEK.