



Étude de l'extrusion monovis de mélanges d'élastomères : approche expérimentale et simulation numérique

Matthieu Koscher

► To cite this version:

Matthieu Koscher. Étude de l'extrusion monovis de mélanges d'élastomères : approche expérimentale et simulation numérique. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003. Français. \langle NNT : 2003ENMP1109 \rangle . \langle tel-00443625 \rangle

HAL Id: tel-00443625

<https://pastel.hal.science/tel-00443625v1>

Submitted on 31 Dec 2009

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.



HAL Authorization

THESE

Présentée à

L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES DE PARIS

Par

Matthieu KOSCHER

En vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR EN SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

**ETUDE DE L'EXTRUSION MONOVIS DE MELANGES
D'ELASTOMERES
APPROCHE EXPERIMENTALE ET SIMULATION
NUMERIQUE**

Soutenue publiquement le 3 février 2003 devant le jury composé de :

Messieurs

Jean François AGASSANT
Pierre LAFLEUR
Rémi DETERRE
Nicolas GAROIS
Bruno VERGNES

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Directeur de thèse

“Things should be as simple as possible, but not simpler”
A. Einstein

AVANT PROPOS

Ce travail a été effectué au Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF) de l'Ecole des Mines de Paris, à Sophia Antipolis, au sein de groupe Ecoulement Visco-Elastique (EVE).

Je remercie Jean François Agassant, directeur adjoint du CEMEF et responsable du groupe EVE, pour l'accueil qu'il m'a réservé au sein de son équipe et l'intérêt constant qu'il a manifesté pour mes travaux. De plus je le remercie d'avoir accepté d'être président de mon jury de thèse.

Je remercie chaleureusement Bruno Vergnes, Maître de Recherche à l'Ecole des Mines de Paris, d'avoir dirigé cette thèse avec un suivi sans faille. Il n'a cessé de me conseiller avec rigueur et compétence. C'est avec beaucoup de plaisir et de bonne humeur que j'ai travaillé avec lui.

Je remercie Messieurs Pierre Laffleur, Professeur à l'Ecole Polytechnique de Montréal et Rémi Deterre, Professeur à l'IUT de Nantes, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ma thèse.

Je remercie également chaleureusement Simon Karam, Chef de Projet au Centre De Recherche (CDR) d'Hutchinson. Il a été un partenaire industriel efficace, dynamique et accueillant. Je remercie également le service industrialisation dont il dépend et particulièrement Nicolas Garois, chef de service, qui a également contribué à la réussite de cette thèse et qui a accepté de faire partie du jury de thèse.

Merci à tous mes amis, du laboratoire ou non pour les bons moments passés ensemble. Je tiens ici à leur exprimer toute ma reconnaissance. Leur sympathie et enthousiasme ont rendu mon séjour au CEMEF agréable et amical. Malheureusement il n'est pas possible de citer tout le monde, mais ils se reconnaîtront.

Enfin un grand merci pour mes correctrices Caroline et Manue qui ont eu le courage d'avoir la primeur d'affronter ces lignes.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE

I. INTRODUCTION	5
II. GÉNÉRALITÉS SUR LE CAOUTCHOUC.....	5
II.1. LES DIFFÉRENTES FAMILLES D'ÉLASTOMÈRES	5
II.2. LES MÉLANGES À BASE D'EPDM.....	8
II.3. L'OPÉRATION DE MÉLANGEAGE.....	10
II.4. MISE EN FORME DES MÉLANGES D'ÉLASTOMÈRES	12
II.5. LES GRANDES UTILISATIONS DES CAOUTCHOUCS VULCANISÉS	14
III. L'EXTRUSION DES CAOUTCHOUCS	14
III.1. HISTORIQUE DE L'EXTRUSION DE CAOUTCHOUC	14
III.2. SPÉCIFICITÉ DE L'EXTRUSION DE CAOUTCHOUC	17
IV. BUT DE L'ÉTUDE.....	19

CHAPITRE I : RHEOLOGIE DES MELANGES D'ELASTOMERES

I. INTRODUCTION	25
II. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE : COMPORTEMENT RHÉOLOGIQUE DES MÉLANGES D'ÉLASTOMÈRES.....	25
II.1. ETUDE RHÉOLOGIQUE DES MÉLANGES D'ÉLASTOMÈRES.....	25
II.1.1. <i>Viscosimètres rotationnels</i>	25
II.1.2. <i>Rhéomètre capillaire</i>	26
II.2. MISE EN ÉVIDENCE DU GLISSEMENT À LA PAROI.....	29
II.2.1. <i>Instruments d'extrusion</i>	29
II.2.1.1. Filière rainurée	29
II.2.1.2. Méthode de Mooney.....	30
II.2.1.3. Visualisation.....	31
II.2.1.4. Influence de la pression.....	33
II.2.2. <i>Instruments rotationnels</i>	34
II.2.2.1. Différents états de surface de l'outillage	34
II.2.2.2. Visualisation.....	35
II.2.2.3. Influence de la pression.....	35
II.2.2.4. Influence de la température	36
II.2.3. <i>Quantification du glissement</i>	37
II.2.3.1. La méthode de Mooney.....	37
II.2.3.2. La méthode de Wiegrefe	40
II.2.3.3. La méthode de Geiger	42
II.2.3.4. La méthode de Mourniac.....	44
II.2.3.5. Méthode inverse	45
II.2.4. <i>Interprétation du glissement</i>	48
II.3. CONCLUSION	53

III. ETUDE EXPERIMENTALE : CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DES MÉLANGES D'ÉLASTOMÈRES	54
III.1. INTRODUCTION	54
III.2. CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DU MÉLANGE A	54
III.2.1. <i>Le Mélange</i>	54
III.2.2. <i>Le viscosimètre de Mooney</i>	55
III.2.2.1. Principe.....	55
III.2.2.2. Mesures	55
III.2.3. <i>La rhéométrie plan-plan dynamique</i>	56
III.2.3.1. Principe.....	56
III.2.3.2. Mesures	57
III.2.4. <i>Rhéométrie capillaire</i>	60
III.2.4.1. Le rhéomètre.....	60
III.2.4.2. Les mesures	62
III.2.4.3. Dépouillement du glissement	66
III.2.4.4. Viscosité.....	68
III.2.4.5. Thermodépendance de la viscosité	70
III.2.5. <i>Confrontation des résultats</i>	71
III.2.5.1. Comparaison Mooney / Capillaire.....	71
III.2.5.2. Comparaison Plan-plan / Capillaire.....	72
III.2.6. <i>Conclusion</i>	73
III.3. CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE DU MÉLANGE B	74
III.3.1. <i>Le mélange</i>	74
III.3.2. <i>La mesure</i>	74
III.3.2.1. Méthode de Mooney.....	77
III.3.2.2. Méthode de Wiegrefe	77
III.3.2.3. Méthode de Geiger	79
III.3.3. <i>Synthèse</i>	82
III.4. CONCLUSION	84

CHAPITRE II : EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES

I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE : EXTRUSION DES MÉLANGES D'ÉLASTOMÈRES.....	91
I.1. INTRODUCTION	91
I.2. DESCRIPTION GLOBALE DE L'ÉCOULEMENT DANS LES VIS D'EXTRUDEUSE	92
I.2.1. <i>Extrudeuse monovis simple étage</i>	92
I.2.1.1. Le remplissage de la vis.....	92
I.2.1.2. Les modes d'alimentation en jeu	94
I.2.2. <i>Extrudeuse monovis double étage, dégazeuse</i>	96
I.3. DESCRIPTION DES ÉCOULEMENTS ET DU MÉLANGEAGE DANS LES VIS D'EXTRUDEUSE.....	100
I.4. CONCLUSION.....	107
II. ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EXTRUSION DES MÉLANGES	109
II.1. INTRODUCTION	109
II.2. PRÉSENTATION DU MATÉRIEL UTILISÉ	109
II.2.1. <i>L'extrudeuse Troester</i>	109
II.2.1.1. La machine.....	109
II.2.1.2. Les vis	111
II.2.1.3. Les filières.....	114
II.2.2. <i>L'extrudeuse Collin</i>	115
II.2.2.1. La machine.....	115
II.2.2.2. Les vis	116
II.2.2.2.1. La Vis 1.....	116
II.2.2.2.2. La Vis 2.....	116
II.2.2.2.3. Les vis modulaires	117
II.2.2.3. La filière.....	120

II.2.3. Les paramètres mesurés	120
II.2.3.1. La mesure des paramètres expérimentaux.....	120
II.2.3.2. Remarques sur les mesures de pression	122
II.2.3.3. Mesure de la distribution de temps de séjour (DTS).....	125
II.2.4. Formulaire	129
II.2.4.1. Calcul en filière.....	129
II.2.4.2. Calcul dans la zone de pompage de la vis.....	130
II.3. COMMENT FONCTIONNE UNE EXTRUDEUSE À CAOUTCHOUC	130
II.3.1. Influence du galet bourreur.....	131
II.3.1.1. Le débit.....	131
II.3.1.2. Les pressions.....	132
II.3.1.3. Le remplissage de la vis.....	133
II.3.1.4. Conclusion	134
II.3.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis.....	134
II.3.2.1. Le débit.....	134
II.3.2.2. La température	135
II.3.2.3. Les pressions.....	136
II.3.2.4. La puissance et l'énergie spécifique	138
II.3.2.5. Temps de séjour.....	139
II.3.2.6. Conclusion	140
II.3.3. Influence de la température de régulation de la vis	140
II.3.3.1. Le débit.....	141
II.3.3.2. La température	141
II.3.3.3. Les pressions.....	142
II.3.3.4. La puissance et l'énergie spécifique	142
II.3.3.5. Conclusion	143
II.3.4. Influence de la température de régulation du fourreau.....	143
II.3.4.1. Le débit.....	143
II.3.4.2. La température	143
II.3.4.3. Les pressions.....	145
II.3.4.4. La puissance et l'énergie spécifique	146
II.3.4.5. Conclusion	146
II.4. COMPARAISON DES MÉLANGES A ET B	146
II.4.1. Le débit.....	147
II.4.2. La température	147
II.4.3. Les pressions	147
II.4.4. La puissance et l'énergie spécifique.....	148
II.4.5. Conclusion.....	149
II.5. COMPARAISON DES PROFILS DE VIS.....	149
II.5.1. Comparaison des vis de laboratoire.....	149
II.5.1.1. Influence du galet bourreur.....	149
II.5.1.2. Influence de la vitesse de la vis.....	150
II.5.1.2.1. Le débit.....	150
II.5.1.2.2. La température	151
II.5.1.2.3. Les pressions	152
II.5.1.2.4. La puissance	153
II.5.1.2.5. L'énergie spécifique	153
II.5.1.3. Conclusion	154
II.5.2. Comparaison des vis industrielles.....	154
II.5.2.1. Le débit.....	154
II.5.2.2. Les pressions.....	155
II.5.2.3. La température	155
II.5.2.4. La puissance et l'énergie spécifique	156
II.5.2.5. Conclusion	156
II.5.3. Comparaison des vis industrielles/laboratoires	157
II.5.3.1. Comparaison qualitative	157
II.5.3.2. Comparaison quantitative	159
II.6. CONCLUSION.....	164

CHAPITRE III : MODELISATION DE L'EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES

I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	171
I.1. INTRODUCTION	171
I.2. APPROCHE GLOBALE DE L'EXTRUSION.....	171
I.2.1. <i>Les approximations classiques</i>	171
I.2.2. <i>Ecoulement longitudinal</i>	172
I.2.3. <i>Ecoulement transversal</i>	174
I.2.4. <i>Facteurs de forme</i>	174
I.2.5. <i>Modèle global</i>	177
I.3. APPROCHE DE L'EXTRUSION DES ÉLASTOMÈRES.....	179
I.3.1. <i>Fluide à seuil</i>	179
I.3.2. <i>Le glissement à la paroi</i>	183
I.3.2.1. <i>Modèle Linéaire de glissement</i>	183
I.3.2.2. <i>Loi puissance de glissement</i>	189
I.3.2.2.1. <i>Loi puissance sans seuil</i>	189
I.3.2.3. <i>Les modèles non monotones</i>	190
I.4. CONCLUSION.....	193
II. APPROCHE THÉORIQUE.....	195
II.1. INTRODUCTION	195
II.2. LIMITATIONS DU MODÈLE À UNE DIMENSION	195
II.2.1.1. Le Modèle 1D	195
II.2.1.1.1. <i>Mécanique</i>	195
II.2.1.1.2. <i>Thermique</i>	197
II.2.1.2. <i>Prise en compte du remplissage partiel de la vis</i>	198
II.2.1.3. <i>Résultats et validation</i>	198
II.2.1.3.1. <i>Variation de la vitesse de rotation de la vis</i>	198
II.2.1.3.2. <i>Variation du débit d'alimentation de l'extrudeuse</i>	199
II.2.1.3.3. <i>Variation du nombre de Nusselt</i>	200
II.2.1.4. <i>Comparaison à l'expérience</i>	201
II.2.2. <i>Les facteurs de forme</i>	202
II.2.2.1. <i>Calcul des facteurs de forme</i>	202
II.2.2.2. <i>Comparaison avec la littérature</i>	205
II.2.2.3. <i>Modèle 1D corrigé grâce aux facteurs de forme</i>	205
II.2.3. <i>Conclusion</i>	206
II.3. MODÈLE À DEUX DIMENSIONS	207
II.3.1. <i>Introduction : Présentation du modèle 2D, problème de Stokes</i>	207
II.3.1.1. <i>Position du problème mécanique</i>	207
II.3.1.2. <i>Le formalisme mathématique</i>	208
II.3.1.3. <i>Résolution du problème de Stokes</i>	208
II.3.2. <i>Ecoulement longitudinal</i>	208
II.3.2.1. <i>Le modèle</i>	208
II.3.2.1.1. <i>Le problème fort</i>	209
II.3.2.1.2. <i>La formulation faible</i>	209
II.3.2.1.3. <i>Résolution des équations aux dérivés partielles</i>	210
II.3.2.2. <i>Résultats</i>	211
II.3.2.3. <i>Comparaison à l'expérience</i>	212
II.3.3. <i>Ecoulement transversal</i>	215
II.3.3.1. <i>Le modèle</i>	215
II.3.3.2. <i>Résultats, validation</i>	216
II.3.3.2.1. <i>Poiseuille simple</i>	216
II.3.3.2.2. <i>Ecoulement transversal</i>	219
II.3.4. <i>Couplage longitudinal / transversal</i>	222
II.3.4.1. <i>Résultats</i>	223
II.3.4.2. <i>Conclusion</i>	227

II.4. MODÉLISATION 3D	227
II.4.1. Introduction : Présentation du modèle 3D	227
II.4.2. Calcul en géométrie déroulée.....	228
II.4.3. Calcul en géométrie réelle.....	231
II.4.4. Conclusion	234
II.5. CONCLUSION.....	236

CONCLUSION GENERALE

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXES

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

I. INTRODUCTION	5
II. GENERALITES SUR LE CAOUTCHOUC.....	5
II.1. LES DIFFERENTES FAMILLES D'ELASTOMERES	5
II.2. LES MELANGES A BASE D'EPDM	8
II.3. L'OPERATION DE MELANGEAGE	10
II.4. MISE EN FORME DES MELANGES D'ELASTOMERES	12
II.5. LES GRANDES UTILISATIONS DES CAOUTCHOUCS VULCANISES	14
III. L'EXTRUSION DES CAOUTCHOUCS.....	14
III.1. HISTORIQUE DE L'EXTRUSION DE CAOUTCHOUC.....	14
III.2. SPECIFICITE DE L'EXTRUSION DE CAOUTCHOUC	17
IV. BUT DE L'ETUDE	19

I. Introduction

Le procédé d'extrusion monovis est utilisé pour la réalisation d'un grand nombre de profilés à base d'élastomères chargés, destinés à des applications dans le domaine de l'automobile ou du bâtiment. La compréhension et la modélisation des phénomènes physiques qui sont mis en jeu au cours de ce procédé constituent l'objectif du travail de recherche. Les résultats obtenus devraient permettre de mieux maîtriser les outils de production, en étant capable d'optimiser les profils de vis et/ou les conditions opératoires.

La modélisation des écoulements de polymères en général, et des élastomères en particulier, s'avère être un besoin actuel de l'industrie. L'extrusion, de loin le mode de transformation le plus utilisé à l'heure actuelle pour les thermoplastiques, ne représente que 10% de la mise en œuvre des mélanges élastomères. En revanche, l'injection représente 75% de la production des caoutchoucs. Procédé continu, l'extrusion est utilisée pour fabriquer des produits finis ou semi produits (films, plaques, tubes, profilés...). Les mélanges à base d'élastomères ont une formulation très complexe et sont de nature très variée. Ils comportent généralement une dizaine d'ingrédients qui sont introduits dans un ordre bien défini à différents intervalles de temps. Alors que la recherche dans l'extrusion des thermoplastiques est largement développée, celle dans le domaine des élastomères reste encore très limitée. On peut penser que les techniques développées pour l'extrusion des thermoplastiques pourraient être directement appliquées aux élastomères, mais il existe néanmoins des différences fondamentales entre ces matériaux.

II. Généralités sur le caoutchouc

Le caoutchouc fait partie de substances appelées hauts polymères dont la principale caractéristique est la grande longueur des chaînes moléculaires qui les constituent. De ce fait, il possède une bonne élasticité dans une large gamme de température (de -50 à 150 °C environ), c'est pourquoi on le désigne assez souvent par le terme d'élastomère. Contrairement aux thermoplastiques semi-cristallins, les élastomères ne présentent pas de point de fusion. Leur zone de transition vitreuse est située aux alentours de -70 °C. Au dessus de cette température, ils sont dans un état dit caoutchoutique.

Les caoutchoucs et élastomères sont les seuls matériaux industriels qui retournent pratiquement à leurs dimensions initiales après avoir subi des déformations importantes. Ceci les rend irremplaçables pour résoudre de façon simple et peu onéreuse les problèmes de liaisons élastiques ou souples, d'amortissement et d'étanchéité.

II.1. Les différentes familles d'élastomères

On distingue essentiellement deux familles d'élastomères : les caoutchoucs naturels et les élastomères de synthèse.

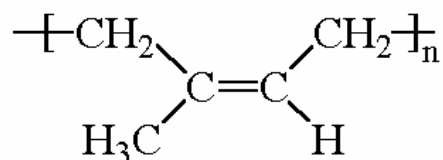
Les caoutchoucs naturels sont obtenus par coagulation du latex provenant d'un arbre, l'Hévéa *Brasiliensis*, qui pousse exclusivement dans la région équatoriale de l'hémisphère sud. Originaire du bassin de l'Amazonie, il est implanté essentiellement en Asie du Sud Est (Malaisie, Indonésie, Thaïlande ...), mais également en Afrique (Libéria, Nigeria, Zaïre, Côte d'Ivoire, Cameroun ...). Le latex est obtenu par des saignées en spirale et l'écoulement dure 4 à 5 heures. La saignée est réouverte périodiquement. Connue des Mayas et vraisemblablement utilisée comme imperméabilisant des vêtements et chaussures ainsi que comme balle à jouer, la gomme naturelle a été rapportée en Europe pour la première fois par Christophe Colomb. Mais ce n'est que deux

siècles et demi plus tard que l'intérêt commercial et scientifique de la gomme, baptisé "cahutchu" (bois qui pleure) par les indiens, est dégagé par La Condamine et Fresneau. Toutefois, il ne se développa industriellement qu'après la découverte, en 1839 par Charles Goodyear, de la vulcanisation par le soufre qui permet de développer les propriétés les plus intéressantes. Les caoutchoucs et élastomères de synthèse sont apparus plus tard, dans les années 1920 et 1930 : Buna, Buna S, Néoprène, etc. La diversité des applications, dont la plus connue et la plus importante est le pneumatique, a provoqué un développement important de la consommation mondiale.



Figure 1 : Plantation d'Hévéa

D'un point de vue chimique, le caoutchouc naturel est composé de 99% de poly-isoprène, dont la formule est la suivante :



Le latex est quelquefois utilisé directement, par exemple pour la fabrication d'objets trempés (gants, ...), de fils élastiques, de mousses.

Le caoutchouc naturel a de bonnes propriétés de résilience, de résistance à la traction, au déchirement et à la fatigue dans une large gamme de dureté. Il conserve une bonne élasticité à basse température. L'ensemble de ces propriétés permet de l'utiliser dans de multiples applications, en particulier les pneus pour poids lourds et les pièces mécaniques utilisées notamment en régime dynamique. Il représente un tiers de la consommation. Ses limites se situent au niveau du vieillissement – à la chaleur, à l'ozone et aux intempéries – et de sa mauvaise tenue vis à vis des huiles et des solvants.

Aujourd'hui, le caoutchouc naturel ne suffirait plus à pourvoir la demande ; on est donc obligé d'avoir recours aux caoutchoucs de synthèse, fabriqués à partir d'hydrocarbures ; ils représentent les 2/3 du marché. En effet, le développement considérable des élastomères synthétiques n'est pas dû au fait qu'il s'agit de produits nouveaux supérieurs au caoutchouc naturel (ce dernier est irremplaçable dans nombre de domaines), mais qu'il résulte d'un besoin brutal du monde moderne, localisé dans le temps, et provoqué par l'expansion rapide du pneumatique et de l'automobile.



Figure 2 : La récolte du caoutchouc

Il existe une grande variété d'élastomères de synthèse. Ils sont surtout utilisés lorsqu'on désire un caoutchouc possédant des propriétés bien spécifiques, difficiles à obtenir avec un caoutchouc naturel (bonne mise en œuvre, bonnes propriétés mécaniques, bonnes propriétés de résistance). Nous donnons ci-dessous quelques exemples d'élastomères de synthèse courants :

- **Les copolymères butadiène-styrène (SBR)**

Seuls les mélanges renforcés sont utilisés industriellement.

Les propriétés de traction et la résistance à l'abrasion sont bonnes. La résilience est assez moyenne et l'échauffement interne est relativement important, ce qui limite l'utilisation en régime dynamique. La résistance au déchirement et à la propagation d'entailles est plutôt moyenne, mais la résistance aux flexions répétées est bonne. La tenue aux différents vieillissements est limitée.

Les SBR représentent la classe la plus importante de tous les élastomères, avec près de 40 % de la consommation mondiale.

- **Les polybutadiènes (BR)**

Presque toujours utilisés en coupage, notamment avec les SBR, leurs propriétés mécaniques sont plus faibles que celles des mélanges correspondants à base de SBR et surtout de caoutchouc naturel. En revanche, les polybutadiènes ont un échauffement interne encore plus faible que le caoutchouc naturel et leur tenue à très basse température est remarquable.

La résistance aux différents types de vieillissement, aux huiles et aux solvants est faible.

Très utilisés dans le pneu, ils représentent environ 10 % de la consommation mondiale.

- **Les caoutchoucs butyl (IIR) et butyl-halogènes**

Ils sont principalement utilisés pour leurs excellentes caractéristiques d'imperméabilité, en particulier, pour les chambres à air et l'imperméabilisation des pneus sans chambres. Ils sont également résistants à la chaleur, aux intempéries et aux produits chimiques.

- **Les copolymères d'éthylène et de propylène (EPM et EPDM)**

Ils sont utilisés (7 % de la consommation) pour leur remarquable résistance au vieillissement, leurs bonnes propriétés mécaniques et leur comportement au froid dans une large gamme de dureté. La tenue aux huiles et solvants hydrocarbonés est médiocre.

- **Les polychloroprènes (CR)**

Ils sont utilisés (2 % de la consommation) pour leurs propriétés mécaniques et leur tenue au vieillissement, aux flexions répétées et aux huiles aliphatiques. La tenue au froid est plus limitée.

- **Les copolymères butadiène-acrylonitrile ou caoutchoucs nitrile (NBR)**

Ils sont utilisés (2 % de la consommation) pour leur résistance aux huiles, solvants et graisses qui dépend de leur teneur en nitrile acrylique.

La consommation mondiale des élastomères a été évaluée à 16.5 millions de tonnes. Ces élastomères sont classés en trois catégories principales :

Les **caoutchoucs à usages généraux** et non résistants aux huiles ; il s'agit du caoutchouc naturel (NR) et de son homologue, le polyisoprène de synthèse (IR), des copolymères butadiène-styrène (SBR), des polybutadiènes (BR).

Les **caoutchoucs à usages spéciaux** présentant en particulier une bonne résistance vis à vis des liquides agressifs (solvants, acides, bases...) d'une part, ou vis à vis des huiles et carburants d'autre part, ainsi qu'un meilleur comportement à haute température. Il s'agit des terpolymères d'éthylène, de propylène et d'un diène (EPDM), des copolymères d'isobutylène et d'isoprène (IIR), des polychloroprènes (CR), et des copolymères butadiène acrylonitrile (NBR). Les caoutchoucs techniques sont d'un prix plus élevé. Leur consommation est forcément plus limitée (1 à 10 % de la consommation totale par famille).

Les **caoutchoucs à usages très spéciaux**, qui présentent le plus souvent d'excellentes tenues thermiques et/ou une inertie chimique remarquable. On peut citer les élastomères de silicone, les polyacryliques, les polyépichlorhydrines, les polyéthylènes chlorés et chlorosulfonés, les élastomères fluorés, les polyuréthanes. Cette catégorie représente environ 5% de la consommation totale. Les caoutchoucs de spécialité sont d'un prix élevé (jusqu'à 1 000 F par kg).

II.2. Les mélanges à base d'EPDM

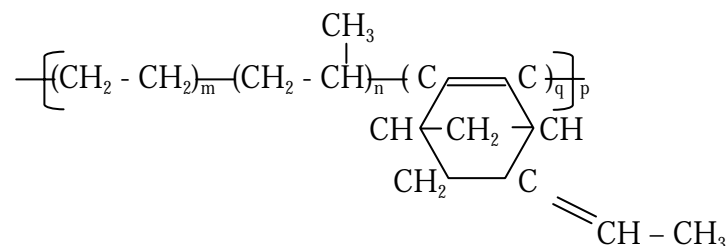
Les mélanges que nous avons utilisés lors de cette étude sont à base d'EPDM. Il nous semble donc opportun et justifié de présenter quelque peu ces mélanges d'élastomère.

Les premiers copolymères éthylène-propylène amorphes possédant des propriétés élastiques ont été développés en 1951 par Natta. Compte tenu de leur facilité de fabrication, du faible coût des monomères utilisés, on aurait pu penser que ces élastomères prendraient très rapidement une place prépondérante. Or, aujourd'hui, ils ne représentent que 4% de la consommation mondiale de caoutchouc.

En effet, les premiers copolymères commercialisés n'étaient vulcanisables que par les peroxydes organiques, du fait de leur saturation complète, mode de vulcanisation peu prisé par les transformateurs. Mais l'apparition des terpolymères vulcanisables par les moyens classiques n'a pas, pour autant, levé les difficultés qui peu à peu se sont révélées, par exemple à l'impossibilité d'utiliser ce type d'élastomères pour la fabrication des pneumatiques en raison de leur mauvais collant de confection. En contrepartie, ils peuvent absorber des quantités importantes de charges et de plastifiants (diminution importante du prix de revient) et ils ont, en outre, de remarquables

propriétés de vieillissement. Pour ces deux raisons, ils ont trouvé de nombreux débouchés dans tous les secteurs du caoutchouc industriel.

Il peut être intéressant de rappeler la formule chimique (ici avec un diène d'ENB):



Il est possible de classer les EPDM selon trois paramètres :

La **masse moléculaire** (ou plutôt la consistance Mooney, cf §III.2.2 du chapitre II) ; c'est ainsi que l'on distingue ceux dont la consistance (ML 1+4 à 125°C) est comprise entre 20 et 60, ceux dont elle est comprise entre 60 et 100, qui contiennent souvent une légère quantité d'huile pour faciliter leur mise en œuvre et enfin ceux de très haute viscosité, supérieure à 100. D'une manière générale, lorsque l'on veut introduire des quantités importantes de charges (et par conséquent d'huile), on choisit les grades à haute viscosité.

La **teneur en propylène** (40 à 70%) qui détermine la résistance à l'état cru, celle-ci étant d'autant plus faible que la teneur en propylène est plus élevée.

Le **type et la quantité de termonomère** (de diène) : trois types sont utilisés

- Ethylidiène norbornène (ENB)
- Dicyclopentadiène (DCPD)
- Hexadiène (HD)

La quantité est généralement comprise entre 3 et 12 % en poids, mais les EPDM à faible saturation sont les plus utilisés. On emploie les autres soit pour réaliser des coupages avec des élastomères insaturés ou lorsqu'on cherche des vulcanisations très rapides.

En ce qui concerne la température de transition vitreuse, elle dépend essentiellement de la teneur en propylène. C'est ainsi, par exemple, que pour des teneurs entre 20 et 60%, elle est située entre -50 et -60°C. De ce fait, ces caoutchoucs ont un bon comportement à basse température.

D'une manière générale, les EPDM se mettent facilement en œuvre. Cependant comme ils peuvent absorber des quantités importantes de charges et d'huile et, à fortiori, s'il s'agit de grades à viscosité élevée, l'utilisation d'un mélangeur interne est indispensable. Le calandrage et l'extrusion de ces mélanges ne posent aucun problème particulier. On peut même noter un gonflement relativement faible en sortie de filière.

Une fois vulcanisés les EPDM offrent les propriétés suivantes :

- Excellente résistance au vieillissement (chaleur, oxygène, ozone, intempérie), mais sensible aux UV et à la lumière.
- Bonne résistance à l'abrasion, mais résistance au déchirement médiocre.
- Bonne résistance chimique aux cétones, aux alcools, aux acides et bases dilués ainsi qu'à certains lubrifiants (Lookeed, Skydrol).
- Faible tenue aux solvants hydrocarbonés et huiles.
- Plage d'utilisation en température entre -60 et 110°C (vulcanisé au soufre) et entre -60 et 170°C (vulcanisé au peroxyde). Les grades thermoplastiques perdent en tenue au froid : -40°C.

Bien que ces élastomères ne représentent encore que 4% environ de la consommation de l'ensemble des caoutchoucs à usage courant, une douzaine de producteurs se partagent le marché avec de nombreux grades se diversifiant par l'insaturation, la nature du termonomère ou la consistance Mooney, comme nous venons de le voir.

Tableau 1 : Producteurs d'EPDM

Producteurs	Nom commercial	Termonomère
Exxon	Vistalon	ENB
DSM	Keltan	ENB,DCPD
Du pont de Nemours	Nordel	HD
Bayer	Buna EP	ENB
Enichem	Dutral	ENB
Uniroyal	Royalène	ENB

Les applications industrielles principales de l'EPDM se trouvent dans le domaine automobile, où il est utilisé comme joint de pare brise, de glace, de porte, mais aussi de durite et de pièce de frein. On le retrouve également dans l'électroménager, le bâtiment et l'activité ferroviaire.

II.3. L'opération de mélangeage

Les élastomères ne sont jamais utilisés à l'état brut. Avant de les transformer et de les mettre en forme, on y rajoute des ingrédients destinés à en faciliter la mise en œuvre et à donner au produit final les propriétés désirées.



Figure 3 : Composition d'un mélange de caoutchouc

L'opération de mélangeage se fait la plupart du temps sur des mélangeurs externes à cylindres (Figure 4) ou des mélangeurs internes (Figure 5) (type Banbury, Shaw). Dans un premier temps,

l'élastomère est plastifié : le laminage par deux cylindres ou des rotors entraîne une rupture des chaînes moléculaires. Dans un second temps, l'opérateur introduit les différents ingrédients petit à petit, afin qu'ils pénètrent bien dans le mélange.

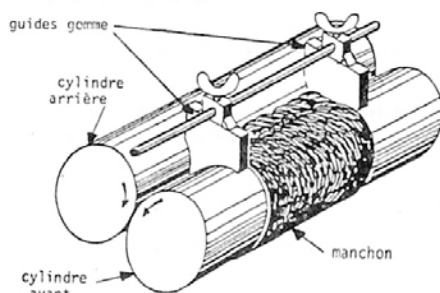


Figure 4 : Mélangeur externe [99]

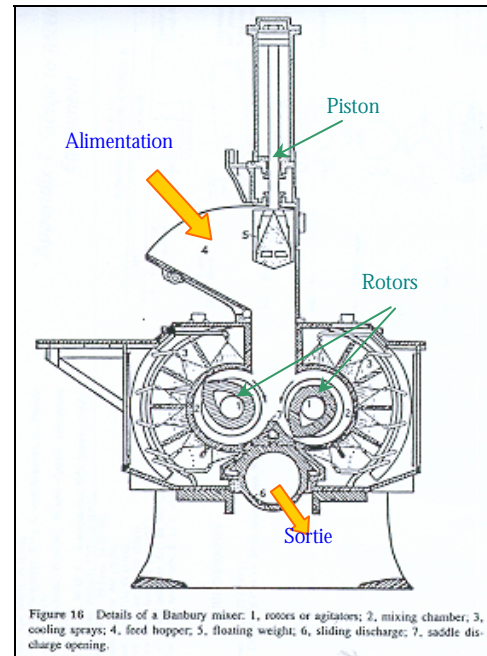


Figure 16 Details of a Banbury mixer: 1, rotors or agitators; 2, mixing chamber; 3, cooling sprays; 4, feed hopper; 5, floating weight; 6, sliding discharge; 7, saddle discharge opening.

Figure 5 : Schéma de principe du mélangeur interne (Banbury) [99]

Les principaux ingrédients utilisés pour la confection des mélanges à base de caoutchouc sont les suivants (Figure 3) :

- **Les élastomères** de base : SBR, BR, NBR, EPDM...
- **Les plastifiants** qui facilitent l'introduction des autres ingrédients ainsi que les opérations de mise en œuvre ultérieures (calandrage, extrusion, moulage). Huiles minérales ou synthétiques, ils diminuent la viscosité des mélanges non vulcanisés.
- **Les charges** (noirs de carbone, charges claires telles que la silice et le kaolin) dont le rôle est d'améliorer les propriétés mécaniques et de diminuer le prix de revient (car elles permettent d'utiliser moins de caoutchouc, pour le même poids de produit).
- **Les adjuvants divers** : agents de protection (antioxygène, antiozone,...), colorants, ignifugeants,
- **Les agents de vulcanisation** sont des ingrédients essentiels. Sous l'action de la chaleur, ils provoquent des réactions de pontage entre les chaînes d'élastomère, formant ainsi des réseaux tridimensionnels qui permettent au matériau d'acquies les caractéristiques de l'état élastique. Les systèmes de vulcanisation utilisés dans la plupart des cas sont à base de soufre ou de peroxyde organique. La vulcanisation est donc une réaction chimique permettant de créer des liaisons covalentes entre les chaînes moléculaires afin de former un

réseau tridimensionnel. En l'absence de ces ponts, les chaînes moléculaires qui sont plus ou moins grandes, plus ou moins ramifiées et qui forment des pelotes repliées sur elles-mêmes, glissent les unes par rapport aux autres dès que l'élastomère est soumis à une contrainte. Les ponts évitent ces glissements et donnent à l'élastomère d'excellentes propriétés élastiques. La vulcanisation nécessite un apport d'énergie (thermique en général) un agent de vulcanisation qui crée les ponts et quelquefois un activateur dont le rôle est de faciliter la réaction.

L'ensemble élastomère plus ingrédient constitue ce que l'on appelle un mélange.

II.4. Mise en forme des mélanges d'élastomères

Mise en forme et vulcanisation sont deux opérations étroitement liées. Elles s'effectuent de façon presque simultanée dans le cas du moulage, de façon continue ou différée dans le cas de l'extrusion ou au calandrage.

A l'instar de la formulation, la mise en forme est une opération délicate qui nécessite savoir-faire et tour de main.

Le moulage, qui est la technique la plus utilisée puisqu'elle représente 75% du tonnage des produit finis, assure presque simultanément cette mise en forme et la vulcanisation. Cette technique permet d'obtenir, à l'aide d'une presse et d'un moule, n'importe quelle forme de pièce à condition que celle-ci soit de taille raisonnable. Elle permet également l'insertion dans le caoutchouc de supports ou renforts métalliques ou textiles. Le temps de moulage dépend non seulement de la formulation du mélange, mais aussi de la température ainsi que du type de presse et de moule.



Figure 6 : Presse à injecter

Par contre, l'extrusion ou le calandrage conduisent seulement à l'obtention de semi produits qui doivent ensuite être vulcanisés. Ceux-ci peuvent d'ailleurs également servir à la confection de pièces plus complexes (pneumatique, tuyaux, courroies...) ou comportant des inserts métalliques ou textiles, mais il est alors nécessaire qu'ils présentent de bonnes qualités d'adhérence.

Le calandrage a pour objectif de mettre le mélange en feuilles minces (3 mm maximum) et de recouvrir de caoutchouc un textile ou des fils métalliques. Ces composites calandrés sont largement utilisés dans la fabrication de pneumatiques (carcasses), bandes transporteuses, draps d'hôpitaux, vêtements de pluie... Pour réaliser de faibles épaisseurs (quelques dixièmes de

millimètre), on utilise une technique voisine, l'enduction, qui consiste à déposer le caoutchouc sous forme liquide sur un support généralement textile.

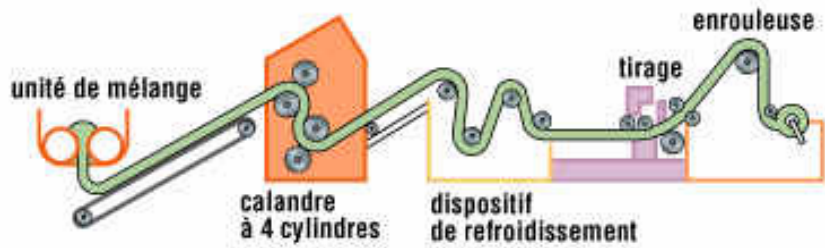


Figure 7 : Shéma de calandrage

Ces trois techniques peuvent être complémentaires. Ainsi, l'industrie du pneumatique utilise à la fois le calandrage et l'extrusion pour préparer des semi-produits (carcasses, bandes de roulement et ceintures) qui seront ensuite assemblés pour la confection d'un pneu "cru". Ce dernier recevra ensuite sa forme définitive tout en étant vulcanisé dans le cadre d'une opération de moulage

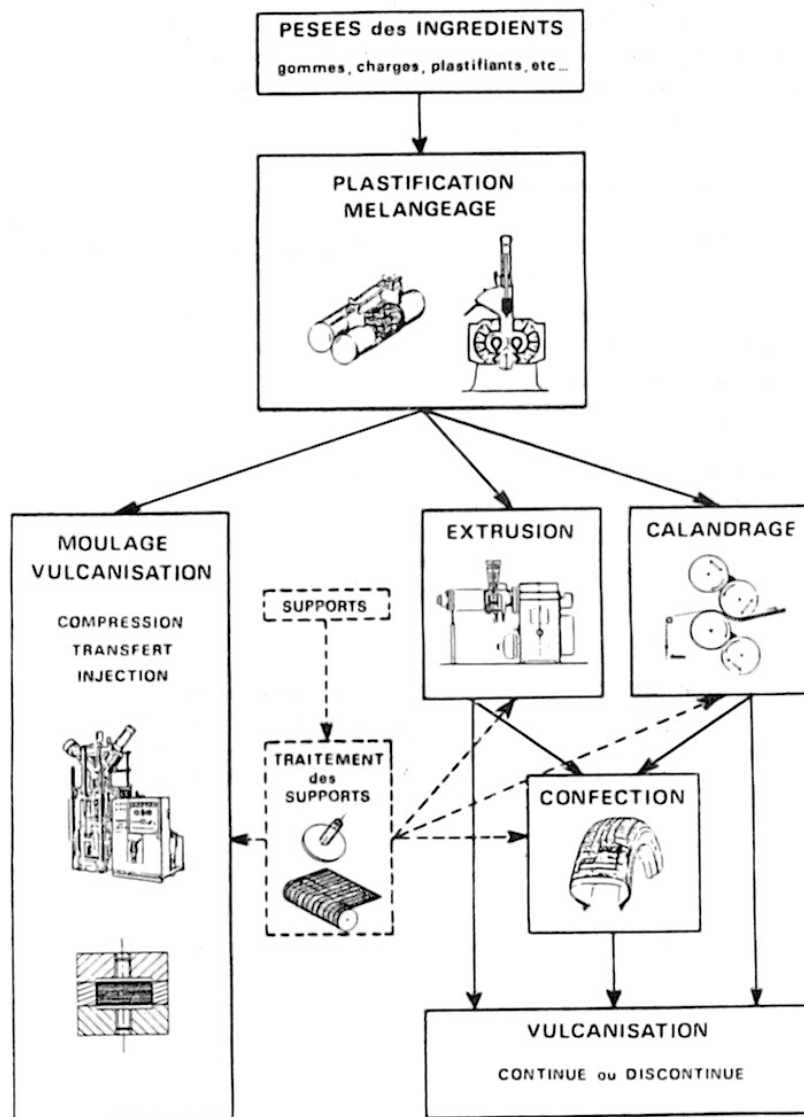


Figure 8 : Schéma général de la mise en œuvre des élastomères [99].

II.5. Les grandes utilisations des caoutchoucs vulcanisés

En Europe, le pneumatique consomme 74 % du caoutchouc naturel, 72 % du SBR, 66 % du BR, et globalement, 42 % de la totalité du caoutchouc.

Les autres applications sont destinées, environ pour moitié, à l'industrie automobile. Elles sont très variées, entre autres :

- courroies de transmission, ventilateurs, distribution... ;
- courroies ou bandes transporteuses ;
- tubes, tuyaux, flexibles, raccords, durites ;
- supports moteurs (silent blocks), accouplements et suspensions élastiques ;
- isolation phonique ;
- mousse pour sièges automobiles, ameublement, literie ;
- joints toriques, plats ou à lèvres, bagues ;
- pièces moulées de toute importance, jusqu'aux défenses de quai ;
- appuis ponts, appuis antisismiques ;
- revêtements de cuves, cylindres ;
- profilés d'étanchéité pour le bâtiment ;
- semelles, chaussures et bottes ;
- tissus enduits, alèses ;
- tapis et revêtements de sols ;
- isolants de fils et câbles ;
- articles d'hygiène, de protection, de sport et jouets ;

III. L'extrusion des caoutchoucs

III.1. Historique de l'extrusion de caoutchouc¹

Le principe de l'extrusion est basé sur l'utilisation d'une vis sans fin ou vis d'Archimède. Elle est utilisée au 16^{ème} siècle par Léonard de Vinci pour transporter de l'eau.

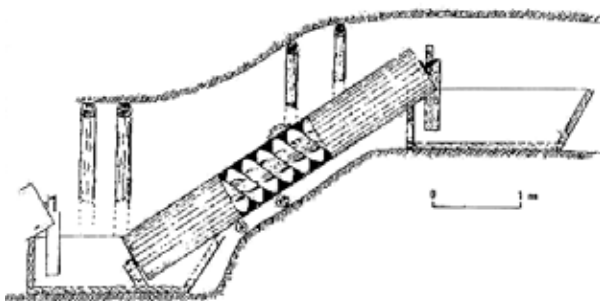


Figure 9 : Vis d'archimède



Figure 10 : Vis de Vinci

¹ Les illustrations de ce paragraphe sont issues du livre de J. L. White [94]

Les réels débuts de l'extrusion datent des années 1850. Le premier brevet concernant l'extrusion a été déposé en Angleterre en 1845 par Brooman. Il s'agit d'un piston dans un fourreau chauffé à la vapeur, pour la production de filament, afin d'isoler des câbles télégraphiques. Gray en 1879 dépose le premier brevet concernant l'extrusion à vis. Pour le même but : l'isolation de câbles télégraphiques, il utilise également du Gutta percha mais aussi du caoutchouc naturel.

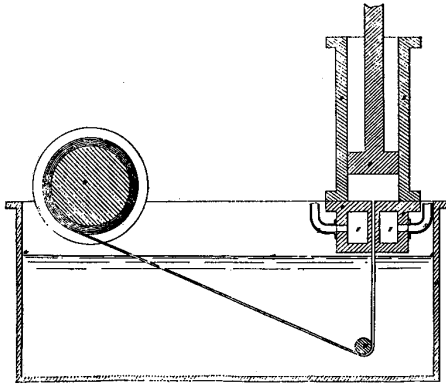


Figure 11 : Machine de Brooman

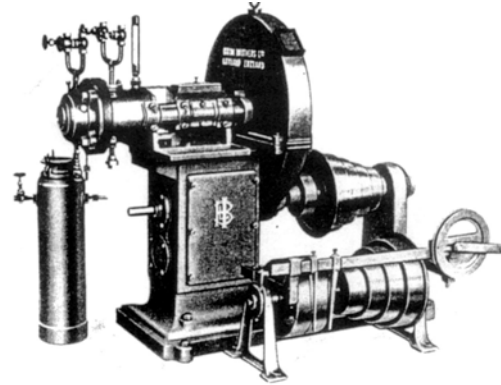


Figure 12 : Extrudeuse de Gray

Les années 1870 voient la naissance des premières fabriques d'extrudeuse et de vis :

- Francis Shaw and Company, 1879, Manchester
- John Royle, 1879 Paterson, NJ, USA
- Paul Troester Maschinenfabrik, 1892 Hanovre, Allemagne

Les vis sont alors courtes, 3 à 5D, et chauffées à la vapeur, la profondeur du chenal est importante. L'extrudeuse est alimentée à chaud.

Ensuite, jusque dans les années 1940, on assiste à des évolutions importantes : Desgoffe et Digiorgio à Odessa en Russie, en 1883, proposent une extrudeuse à pas variable pour le malaxage et le pétrissage. Price, de la Rubber Regenerating Company (New York), utilise en 1913 une extrudeuse à dégazage à deux étages, de manière à évacuer air, humidité et gaz du matériau

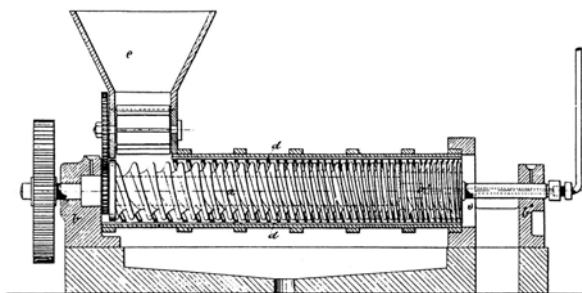


Figure 13 : Extrudeuse de Desgoffe et Digiorgio

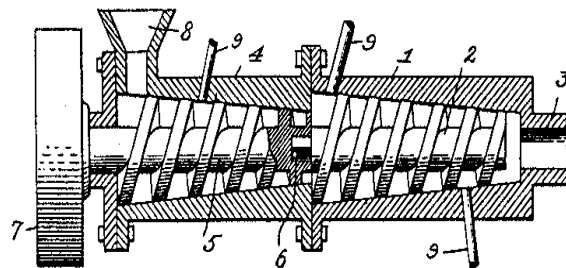


Figure 14 : Extrudeuse de Price

En 1920 à Hanovre en Allemagne, Gohlisch, May Ramm et Ruger, de la Paul Troester Maschinenfabrik, proposent une vis présentant un élément de dégazage à surface rainurée, qui induit non seulement une chute de pression à la pression atmosphérique, mais augmente la surface des matériaux dégazés. Ce profil est très proche de ce qui est encore utilisé de nos jours.

Ahnhudt, en 1923 à Berlin, décrit une vis avec des filets interrompus et des rainures, pour le malaxage de cellulose et de mélanges d'élastomère.

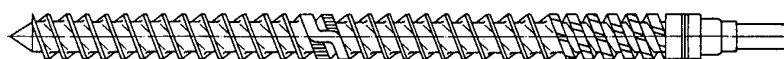


Figure 15 : Extrudeuse de Gohlisch et al.

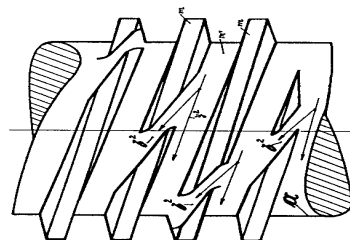


Figure 16 : Vis de Ahnhudt

Durant les années 1940-1950 s'ouvre la seconde période de l'évolution. Le but était alors d'homogénéiser et de mélanger. C'est le développement des extrudeuses alimentées à froid. Les extrudeuses s'allongent (10D), les chenaux sont plus étroits. Les extrudeuses deviennent électriques. Dulmage, de Dow Chemical, propose en 1945 un dispositif placé en fin de vis pour l'homogénéisation du caoutchouc. En 1951, il dispose le même type d'élément sur toute la longueur de la vis. Seul l'angle et le pas diffèrent des vis courantes.

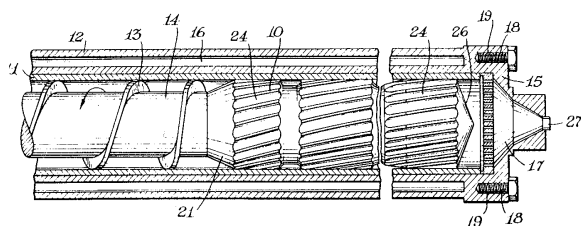


Figure 17 : Extrudeuse de Dulmage 1945

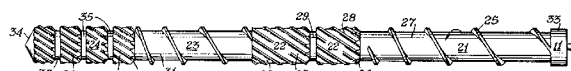


Figure 18 : Vis de Dulmage 1951

En 1952, Schnuck et Whittum présentent des vis avec des coupures pour permettre à la matière de passer d'un chenal à l'autre. En 1953, Magerkurk, de la National Rubber Machinery (NRM), effectue des cannelures sur le fourreau pour améliorer le mélangeage.

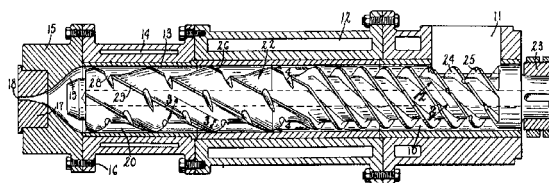


Figure 19 : Extrudeuse de Schnuck et Whittum

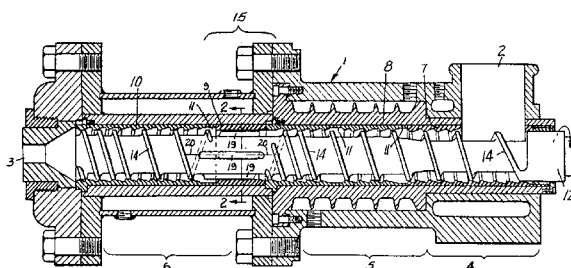


Figure 20 : Extrudeuse de Magerkurk

Les années 1950 à 1965 voient la naissance des premières approches théoriques, et la consolidation du procédé d'extrusion. Les longueurs augmentent et atteignent 15 à 20D. Maillefer, en 1960, propose une vis barrière pour séparer le liquide du solide pour les

thermoplastiques. Geyer, de la US Rubber Company de Detroit, présente en 1961 une extrudeuse pour affiner les particules grossières ou déjà vulcanisées.

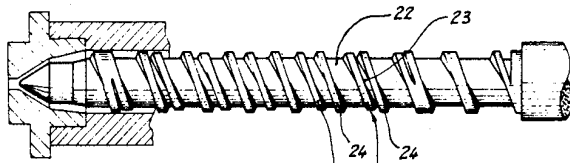


Figure 21 : Extrudeuse de Maillefer

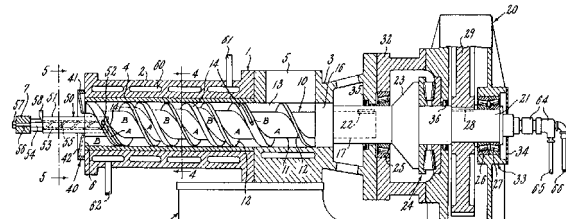


Figure 22 : Extrudeuse de Geyer

Toujours pour améliorer l'homogénéisation et le mélangeage, des éléments spécifiques apparaissent :

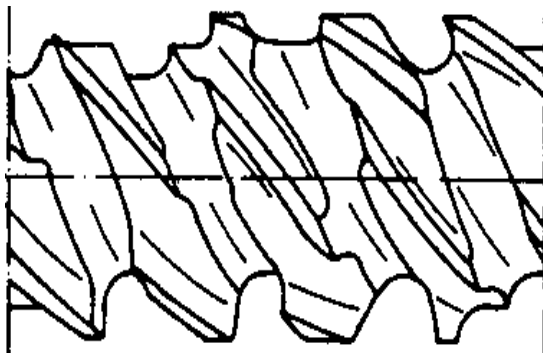


Figure 23 : Vis Troester

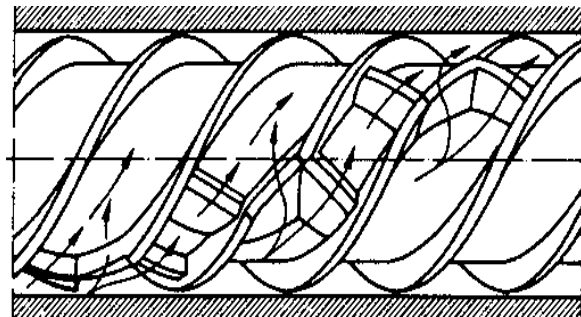


Figure 24 : Vis EVK

III.2. Spécificité de l'extrusion de caoutchouc

C'est la technique de fabrication des semi-produits la plus employée. Elle permet tout d'abord, d'obtenir des profilés (tuyau, joint d'étanchéité ou de pare brise, câbles électriques, fils élastiques...) qui seront ensuite vulcanisés. Mais elle permet, également, de fabriquer des ébauches pouvant être destinées, soit au moulage direct (joints toriques de grandes dimensions ...), soit à la vulcanisation sur forme (raccords coudés), soit encore à la confection de pièces plus élaborées (bandes de roulement, fourreaux de tuyaux "haute pression"...)

En fait, l'extrusion s'est imposée dans l'industrie du caoutchouc (mais aussi dans celle des matières plastiques) pour plusieurs raisons :

- La complexité de la section de certains profilés interdit l'emploi de moulage car la réalisation de moules convenables rendrait prohibitif le coût de fabrication de telles pièces.

- L'extrusion est la seule méthode permettant d'obtenir des pièces de grande longueur par rapport à leur section.

- Grâce aux développements récents (dans le domaine du matériel ou de la vulcanisation), l'extrusion permet la mise au point de fabrications continues, donc d'un moindre coût.

L'extrudeuse, appelée également boudineuse, se compose d'un corps cylindrique (fourreau) dans lequel tourne une vis sans fin, solidaire d'un groupe moto-réducteur. A l'arrière, se trouve une ouverture munie d'une trémie d'alimentation dans laquelle le mélange est introduit sous

forme de bandes ou granulés. Celui-ci est entraîné par la vis vers l'autre extrémité sur laquelle vient s'adapter la tête qui reçoit elle-même la filière qui définit la forme du profilé.

La Figure 25 montre une extrudeuse monovis pour les thermoplastiques. Elle met également en évidence trois zones, résultats de l'observation de l'état du polymère dans la machine en régime permanent. La **zone d'alimentation**, où le polymère est sous forme solide, la profondeur du chenal y est constante. La **zone de plastification** où il y a fusion du polymère, le polymère encore solide coexiste avec le polymère déjà fondu. En général, dans cette zone, la profondeur du chenal diminue progressivement. Enfin, la **zone de pompage** où le polymère est complètement fondu. La profondeur du chenal est de nouveau constante, mais plus faible qu'en alimentation.

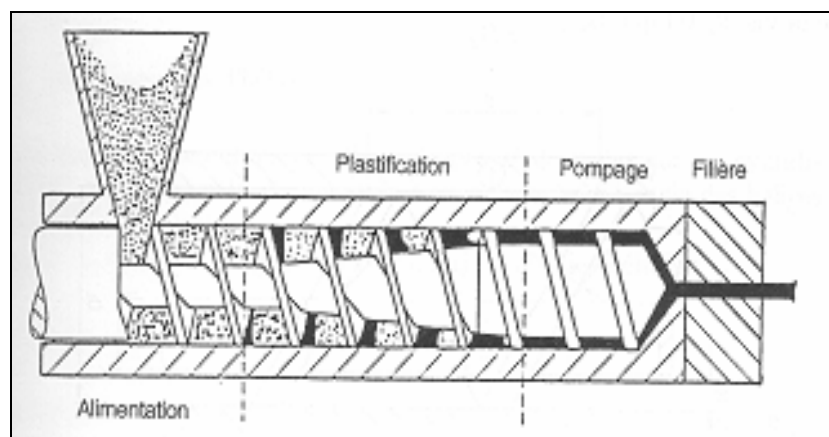


Figure 25 : Ecoulement d'un polymère thermoplastique dans une extrudeuse monovis

Comme le caoutchouc ne subit pas de changement de phase pendant l'extrusion, l'état de la matière dans une extrudeuse peut être assimilé à celui du polymère dans la zone de pompage, où il est complètement fondu.

L'alimentation d'une extrudeuse peut se faire soit à partir de mélanges chauds (prélevés, en continu, sur un mélangeur à cylindres qui joue alors le rôle de réchauffeur), soit à partir de mélanges froids, ce qui nécessite l'utilisation d'extrudeuses à longue vis, soit enfin, à partir de granulés (petits cubes découpés dans les bandes de mélange), ce qui présente l'avantage de pouvoir mélanger des produits de viscosités légèrement différentes pour minimiser leur influence sur le gonflement.

Les premières extrudeuses étaient alimentées à chaud. L'extrusion des caoutchoucs n'a enregistré de progrès significatifs qu'à la fin des années soixante avec l'apparition des extrudeuses alimentées à froid (avec ou sans dégazage). Ces extrudeuses sont actuellement de plus en plus utilisées dans l'industrie et constituent déjà en Europe la grande majorité du parc d'équipement. Une raison essentielle de cette évolution est le meilleur contrôle de l'extrudat et le faible coût des opérations.

Cependant, quel que soit le type d'alimentation, il arrive que l'entraînement du mélange par la vis soit difficile, ce qui conduit à des irrégularités dans l'alimentation. Pour pallier cet inconvénient, les extrudeuses modernes sont, le plus souvent, équipées d'un galet bourreur, petit cylindre placé tangentiellement à la vis au niveau de la trémie d'alimentation et dont le rôle est de réguler la rentrée du mélange dans l'extrudeuse.

IV. But de l'étude

D'une manière générale, les procédés d'élaboration et de mise en forme utilisés dans l'industrie du caoutchouc ont été mis au point de manière très empirique, souvent au coup par coup. Bien entendu, le manque d'approche théorique dans ce domaine s'explique : la grande variété de produits et de mélanges caoutchoutiques ayant chacun leur spécificité rend difficile l'utilisation d'une démarche scientifique globale, pouvant s'adapter à tous les cas ; d'autre part, le comportement du caoutchouc semble à beaucoup d'utilisateurs complexe et difficilement prévisible.

Ce caractère empirique de l'industrie du caoutchouc constitue naturellement un obstacle pour son évolution. Le coup par coup coûte aujourd'hui trop cher en temps et en matière ; il faut maintenant être capable de faire des mises au point rapides. Il est donc nécessaire de mettre au point des approches scientifiques plus développées, si l'on veut comprendre et maîtriser les phénomènes ainsi que prévoir avec une précision suffisante les résultats.

C'est là le but de cette étude : comprendre comment se comporte le caoutchouc à l'intérieur d'une extrudeuse et voir s'il est possible de modéliser ce phénomène.

Cette étude comporte trois phases, chacune précédée d'un état de l'art. Tout d'abord une étude rhéologique de deux mélanges à base d'EPDM. Puis une étude à la fois qualitative et quantitative de ces mélanges, sur deux extrudeuses et de nombreux profils de vis. Enfin une phase de calculs visant à modéliser l'écoulement des mélanges dans l'extrudeuse.

Bibliographie

- [1] J. F. Agassant, P. Avenas, J. P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, “La mise en forme de matières plastiques”, Lavoisier Tec&Doc (1996)
- [2] E. B. Bagley, “End corrections in the capillary flow of polyethylene”, J. Appl. Phys., 28, 624-627 (1957)
- [3] J. Baranger K. Najib, “Analyse numérique des écoulements quasi-newtoniens dont la viscosité obéit à la loi puissance ou la loi de carreau”, Numerische Mathematik, 35, 58 (1990)
- [4] S. Batkam, “Thermique multidomaines en simulation numérique du remplissage 3D”, Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2002)
- [5] N. Bennani, B. Vergnes, C. Guichard, “Extrusion du caoutchouc avec une vis à deux étages”, Caoutch. Plast. 671, 103, (1987)
- [6] N. Bennani, “Etude expérimentale et théorique de l’extrusion des mélanges de caoutchoucs”, Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1987)
- [7] D. I. Bigio, J.D. Boyd, L. Erwin, D.W. Gailus, “Mixing studies in the single screw extruder”, Polym. Eng. Sci., 25, 305-310 (1985)
- [8] E. Bigot, “Simulation tridimensionnelle du remplissage de corps mince par injection” Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [9] M.F. Boube, A. Lamy, P. Olivier, “Caractérisation rhéologique appliquée à la modélisation de l’écoulement du caoutchouc lors de sa transformation”, Cahiers Rhéol., 14, 97-106 (1995)
- [10] A.K.Bhowmick, M.M. Hall, H.A. Benarey, “Rubber products manufacturing technology”, Marcel Dekker, New York, (1994).
- [11] F. Bezzi, M. Fortin, “Mixed and hybrid finite elements methods”, Springer Verlag, New York, (1991)
- [12] R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, “Experimental study of the flow characteristics of rubber compounds in extruder screws”, Rubber Chem. Tech. 59, 634-650 (1986)
- [13] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, “Experimental and theoretical study of the flow characteristics of rubber compounds in a extruder screw”, Inter. Polym. Proc. 3, 130-136 (1987)

- [14] J.C. Chauffoureaux, C. Dehennau, J. Van Rijckevorsel, "Flow and thermal stability of rigid PVC", *J. Rheo.*, 23, 1-24 (1979)
- [15] C.I. Chung, "On the scale up of plasticating extruder screws", *Polym. Eng. Sci.*, 9, 626-632 (1984)
- [16] J. Cizeron, P. Jay, N. El Kissi, J. M. Piau, "Simulation numérique de l'extrusion de fluides visqueux avec glissement à la paroi", *Cahiers Rhéol.*, 14, 555-565 (1995)
- [17] J. M. Dillon, "A simplified extrusion plastometer for unvulcanised rubber", *Rubber Chem. Tech.* 9, 496-501 (1936)
- [18] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, "Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel", *Rhéologie*, 2002
- [19] T. Dobbie, D. J. Fleming, J. Busby, "Wall slip : Measuring and flow modeling for processing" *Rapra Conference Proceedings*, Shrewsbury, Rapra Technology Ltd, Shawbury, Shrewsbury, UK, October, 11, 1-6 (1998)
- [20] D. Dospisil, P. Saha, J. Spacek, "Flow behaviour of rubber compounds in extruders", *Plast. Rubber Comp. Proc. Appl.*, 25, 406-410 (1996)
- [21] N. El Kissi, J. M. Piau, "Ecoulement de fluides polymères enchevêtrés dans un capillaire. Modélisation du glissement macroscopique à la paroi", *C.R. Acad. Sci. Paris serie 2*, 309, 7-9 (1989)
- [22] S. Ertong et P. Schümmer, "Rheological measurements of unvulcanized rubber compounds using a modified weissenberg rheometer", *Xth International Congress on Rheology*, Sydney, 1988
- [23] M. Esseghir, V. A. Sernas, *SPE ANTEC Techn. Paper*, 37, 54-57 (1991)
- [24] E. Felder, "Le contact Métal-Outil en Mise en Forme des Métaux, Frottement, Lubrification, Etat de Surface, Usure", Tome II, Séminaire Mai 1989, Sophia Antipolis France, (1989)
- [25] M. Fortin R. Glowinski, "Méthode de lagrangien augmenté : application à la résolution numérique de problèmes aux limites", collection Méthodes Mathématiques de l'informatique, Dunod (1982)
- [26] M. Fortin, A. Fortin "Experiments with several elements for viscous incompressible flows " *Int. J. Num. meth. in fluids*, 5, 911-928, (1985)
- [27] K. Funatsu, M. Sato, *Advances in Rheology*, UNAM Press, Mexico, 465 (1984)
- [28] W. Gleißle, Ph D. Thesis, TH Karlsruhe, Allemagne (1969)
- [29] K. Geiger, "Rheologische charakterisierung von EPDM-kautschukmischungen mittels kapillarrheometer-systemen", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 42, 273-283 (1989)

- [30] J.F. Gobeau, "Etude expérimentale et simulation numérique 3D par éléments finis de l'écoulement dans les filières d'extrusion de profilés PVC", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1996)
- [31] S. d'Halewyn, "Etude de l'écoulement d'un mélange d'élastomère dans une filière de profilé", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1992)
- [32] T. J. R Hughes, W. K. Liu, A. Brooks, "Finite analysis of incompressible viscous flows by the penalty function formulation", J. computational Physics, 30, 1-60 1979.
- [33] C. Jepsen, N. Rabiger, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von kautschukmischungen an einem hochdruck kapillar viscosimeter", Kautschuk Gummi Kunsts., 41, 342-352 (1988)
- [34] Z. Ji, A. D. Gotsis, "Numerical study of slip at the walls in the extruder", Intern. Polym. Proc. 7, 132-139 (1992)
- [35] Y.M. Joshi, P.S. Tapadia, A.K. Lele, R.A. Mashelkar "Temperature dependance of critical stress for wall slip by debonding", J. Non Newt. Fluid Mech., 94, 151-157 (2000)
- [36] R. C. Kanu, M. T. Shaw, "Rheology of polymer blends : simultaneous slippage and entrance pressure loss in the ethylene propylene diene (EPDM)/viton system", Polym. Eng. Sci., 22, 507-511 (1982)
- [37] S. Karam, "Modélisation de l'injection des élastomères chargés : Approche expérimentale et théorique", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1995)
- [38] S. Karam, M. Vincent, Y. De Zelicourt, "Injection moulding of rubber compounds", Intern. Polym. Proc. 13, 209-217 (1998)
- [39] S. J. Kim, T. H. Kwon, "Development of numerical simulation methods and analysis of extrusion processes of particle filled plastic materials subject to slip at the wall", Powder Tech., 85, 227-239 (1995)
- [40] S. J. Kim, T. H. Kwon, "A simple approach to determining three dimensional screw characteristics in the metering zone of extrusion processes using a total shape factor", Polym. Eng. Sci., 35, 274-283 (1995)
- [41] W. Knappe, E. Krumböck, "Slip flow of non plasticized PVC compound", Rheol. Acta, 25, 296-307 (1986)
- [42] K. Kubota, R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Comparison of screw extrusion of rubber compounds with different extruder/screw combinations", Rubber Chem. Tech. 60, 924-944 (1987)
- [43] B. Lanteri, "Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère céramique destiné à l'injection", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, France (1993)

- [44] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion "Rheological behavior of polymer ceramic blend used for injection moulding", J. Mat. Sci. 31, 1751-1756 (1996)
- [45] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Single screw extrusion of viscoplastic fluids subject to different slip coefficient at screw and barrel surface", Polym. Eng. Sci., 34, 1471-1479 (1994)
- [46] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Nonisothermal extrusion flow of viscoplastic fluids with wall slip", Int. J. Heat Mass Transf. 40, 3883-3897 (1997)
- [47] J.L. Leblanc, "Modern Approches to Rubber Processing Problems", Kautschuk Gummi Kunst., 43, 883 (1990)
- [48] J.L. Leblanc, "Pertinent rubber extrusion experiments with an instrumented extruder", J. Elast. Plast., 22, 97-115 (1990)
- [49] J.L. Leblanc, "Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères", Ed Artel, Namur, Belgique, (1996)
- [50] J. P. Lehnen, "Die verarbeitung von kaltgefütterten kautschukmischungen auf einschnecken extrudern", Kunststofftechnik, 9, 197-204 (1970)
- [51] C.-Y. Ma, J.L. White, F. C. Weissert, A. I. Isayev, N. Nakajima, K. Min, "Flow patterns in elastomers and their carbon black compounds during extrusion through dies", Rubber Chem. Tech., 58, 815-829 (1985)
- [52] W. C. Mac Sporrán, "Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry", J. Rheol. 30, 125-132 (1986)
- [53] A. Magnin, J.M. Piau, "Cone and plate rheometry of yield stress fluids : study of an aqueous gel" J. Non Newt. Fluid Mech., 36, 85-108 (1990)
- [54] M. G. Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, J. G. Matison, N. K. Dutta, K. Bhattacharya, "Rheological behavior of highly filled ethylene propylene diene rubber compounds", Polym. Eng. Sci., 40, 1065-1073 (2000)
- [55] B. Marzetti, "Plastimeter for crude rubber", India Rubber World, 68, 776 (1923)
- [56] H. E. H. Meijer, C.P.J.M. Verbraak, "Modeling of extrusion with slip boundary conditions", Polym. Eng. Sci. 28, 758-772 (1998)
- [57] G. Menges, J. P. Lehnen, "Gummiverarbeitung auf einschnecken extrudern", Plastverarbeiter 20, 31-39 (1969)
- [58] A. Mezry, "Loi de glissement de caoutchoucs crus" Thèse 'génie des procédés' INPG, Grenoble (1995)
- [59] S. Middleman, "Flow of power law fluids in rectangular ducts", Trans. Soc. Rheol. 9, 83-93, (1965)

- [60] K. Min, J. L. White, "Flow visualisation investigations of the addition of carbon black and oil to elastomers in an internal mixer", *Rubb. Chem. Tech.*, 60, 361-380 (1987)
- [61] S. Montes, J. L. White, N. Nakajima, "Rheological behavior of rubber carbon black compounds in various shear histories", *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 28, 183-212, (1988)
- [62] M. Mooney, "Explicit formulas for slip and fluidity", *J. Rheol.*, 2, 210-222 (1931)
- [63] M. Mooney, "A shearing disk plastometer for unvulcanized rubber", *Ind. Ing. Chem. Anal. Ed.*, 6, 147-151 (1934)
- [64] M. Mooney, "The rhéology of raw rubber", *Physics*, 7, 413-420 (1936)
- [65] M. Mooney, "The rheology of processing quality of raw rubbers", *J. Coll. Sci.* 7, 69-80 (1947)
- [66] M. Mooney, "Measurement of flow and slip velocity with the shearing disk viscometer", *Proc. Int. Rubber Conf.*, Washington, 368 (1959)
- [67] P. Mourniac, J. F. Agassant, B. Vergnes, "Determination of the wall slip velocity in the flow of a SBR compound", *Rheol. Acta*, 31, 565-574 (1992)
- [68] P. Mourniac, "Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1991)
- [69] T. C. Papanastasion, "Flows of materials with yield", *J. Rheol.*, 31, 385-404 (1987)
- [70] E. Pichelin, "Calcul par éléments finis du remplissage 3D pour fluides viscoélastique : application à l'injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1998)
- [71] C. H. Piper, J. R. Scott, "Rubber plastimeter with uniform rate of shear, shearing-conplastimeter", *J. Sci. Instrum.*, 22, 206-210 (1945)
- [72] O. Pironneau, "Méthodes des éléments finis pour les fluides", collection recherches en mathématiques appliquées, Masson, paris (1993)
- [73] H. Potente, H. Lappe, A. Fornefeld, "Verweilzeit bei Einschnucken-extrudern: Wie sich der messtechnische Aufwand in Grenzen hält. *Plastverarbeiter*" 35, 31-33, (1984)
- [74] H. Potente, V. Schöppner, A. Ujma, "Successful simulation of wall slipping plastics", *J. Polym. Eng.*, 17, 153-170 (1997)
- [75] H. Potente, H. Ridder, "Description of the pressure/throughput behavior of a single screw plasticising unit in consideration of wall slippage effects", *PPS-17 Proceedings*, Montreal, Canada (2001)

- [76] H. Potente, M. Kurte, H. Ridder, "Influence of non newtonian behaviour on the processing characteristics at wall slipping materials", PPS-18 Proceedings, Guimares, Portugal (2002)
- [77] C. Rauwendaal, "Polymer extrusion", Hanser, Munich (1985)
- [78] L. Robert, "Instabilité oscillante de polyéthylènes linéaires : observations et interprétations", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [79] J. Salençon, "Mécanique des milieux continus ", Ellipses, Paris (1988)
- [80] G. Schenkel, "Zur extrusion von kunststoffen aus rechteck kanälen", Kunststoffe, 71, 479-484 (1981)
- [81] M. Sobhanie, A. I. Isayev, "Viscoelastic simulation of flow of rubber compounds", Rubber. Chem. Tech., 62, 939-956 (1988)
- [82] E. Tadmor, I. Klein, "Engineering Principles of plasticating Extrusion", Van Nostrand Reinhold, New York (1970)
- [83] F. Thomasset, "Implémentation of finite element method for Navier Stokes equations ", Springer series in computationnal physics, Springer verlag, New-York, 148-159 (1981)
- [84] D. M. Turner, M. D. Moore, "The contribution of wall slip in the flow of rubber", Plast. Rubber Proc., 5, 81-84 (1980)
- [85] E. Uhland, "Modell zur beschreibung des fliessens wandgleitender substanzen durch dusen", Rheol. Acta, 15, 30-39 (1976)
- [86] E. Uhland, "Das anomale Fliesverhalten von polyäthylen hoter dichte", Rheol. Acta, 18, 1-24 (1979)
- [87] B. Vergnes, N. Bennani, C. Guichard, "Experimental and theoretical approach to the extrusion of rubber compounds with a two stage screw", Inter. Polymer Processing 1, 19-24 (1986)
- [88] B. Vergnes, S. d'Halewyn, M. F. Boube, "Wall slip and instabilities in the flow of EPDM compounds in theoretical and applied rheology", P. Moldenaers and R. Keunings Eds., Elsevier, Amsterdam, 1, 399-401 (1992)
- [89] S. Wiegrefe, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von EPDM und SBR", Kautschuk Gummi Kunst., 44, 216-221 (1991)
- [90] J.P. Villemare, "Etude d'un rhéomètre à pré-cisaillement : le Rhéoplast. Application à la mesure du comportement visqueux, Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1993)
- [91] R. A. Weiss H. Stamato, "Development of an Ionomer Tracer for Extruder Residence Time Distribution Experiments", Polym. Eng. Sci., 29, 134-139 (1989)

- [92] J.L. White, K. Min, C.Y. Ma, R. Brzoskowski, "Basic studies of flow visualisation of processing of elastomers and their compounds : internal mixer and extrusion", J. Polym. Eng., 6, 79-93 (1986)
- [93] J.L. White, D. Huang, "Extrudate swell and extrusion pressure loss of polymer melt flowing through rectangular and trapezoidale dies", Polym. Eng. Sci., 21, 1101-1107 (1981)
- [94] J.L. White, "Rubber Processing, Technology, Materials, Principles", Hanser, Munich (1995)
- [95] J.L. White, H. Han, N. Nakajima, R Brzoskowski, "The influence of matériels of construction on biconical rotor and capillary measurements of shear viscosity of rubber and its compounds and considerations of slippage", J. Rheol, 35, 167-189 (1991)
- [96] J.L. White, Y. Wang, A. I. Isayev, N. Nakajima, F. C. Weissert, K. Min, "Modeling of shear viscosity behavior and extrusion through dies for rubber compond", Rubber Chem. Techn. 60, 337-360 (1987)
- [97] W. E Wolstenholme, "Polymer flow behavior from multispeed viscometry", Rubber Chem. Tech., 38, 769-781 (1965)
- [98] A.C-Y Wong J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Dynamic performance of single screw of different configurations", Intern. Polym. Proc., 14, 35-43 (1999)
- [99] A.C-Y Wong, J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Visualization studies on the comparison of mixing characteristics of single screws having different mixing elements", Adv. Polym. Tech., 19, 1-13 (2000)
- [100] Institut national de formation et d'enseignement professionnel du caoutchouc "Synthèse, propriétés et technologie des élastomères", IFOCA, Paris (1984)

CHAPITRE I

RHEOLOGIE DES MELANGES D'ELASTOMERES

CHAPITRE I

RHEOLOGIE DES MELANGES D'ELASTOMERES

I. INTRODUCTION	25
II. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE : COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES MELANGES D'ELASTOMERES.....	25
II.1. ETUDE RHEOLOGIQUE DES MELANGES D'ELASTOMERES	25
II.1.1. <i>Viscosimètres rotationnels</i>	25
II.1.2. <i>Rhéomètre capillaire</i>	26
II.2. MISE EN EVIDENCE DU GLISSEMENT A LA PAROI	29
II.2.1. <i>Instruments d'extrusion</i>	29
II.2.1.1. Filières rainurées.....	29
II.2.1.2. Méthode de Mooney	30
II.2.1.3. Visualisation	31
II.2.1.4. Influence de la pression	33
II.2.2. <i>Instruments rotationnels</i>	34
II.2.2.1. Différents états de surface de l'outillage.....	34
II.2.2.2. Visualisation	35
II.2.2.3. Influence de la pression	35
II.2.2.4. Influence de la température.....	36
II.2.3. <i>Quantification du glissement</i>	37
II.2.3.1. La méthode de Mooney	37
II.2.3.2. La méthode de Wiegrefe	40
II.2.3.3. La méthode de Geiger.....	42
II.2.3.4. La méthode de Mourniac	44
II.2.3.5. Méthode inverse	45
II.2.4. <i>Interprétation du glissement</i>	48
II.3. CONCLUSION.....	53
III. ETUDE EXPERIMENTALE : CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DES MELANGES D'ELASTOMERES.....	54
III.1. INTRODUCTION	54
III.2. CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DU MELANGE A	54
III.2.1. <i>Le Mélange</i>	54
III.2.2. <i>Le viscosimètre de Mooney</i>	55
III.2.2.1. Principe	55
III.2.2.2. Mesures	55
III.2.3. <i>La rhéométrie plan-plan dynamique</i>	56
III.2.3.1. Principe	56
III.2.3.2. Mesures	57
III.2.4. <i>Rhéométrie capillaire</i>	60
III.2.4.1. Le rhéomètre	60
III.2.4.2. Les mesures.....	62
III.2.4.3. Dépouillement du glissement	66
III.2.4.4. Viscosité.....	68
III.2.4.5. Thermodépendance de la viscosité	70
III.2.5. <i>Confrontation des résultats</i>	71
III.2.5.1. Comparaison Mooney / Capillaire.....	71
III.2.5.2. Comparaison Plan-plan / Capillaire.....	72
III.2.6. <i>Conclusion</i>	73
III.3. CARACTERISATION RHEOLOGIQUE DU MELANGE B	74
III.3.1. <i>Le mélange</i>	74
III.3.2. <i>La mesure</i>	74
III.3.2.1. Méthode de Mooney.....	77
III.3.2.2. Méthode de Wiegrefe.....	77
III.3.2.3. Méthode de Geiger	79
III.3.3. <i>Synthèse</i>	82
III.4. CONCLUSION	84

I. Introduction

Avant d'être transformé en objet fini (pneumatique, courroie, tuyau, joint,...), on doit incorporer à l'élastomère (naturel ou synthétique), dans des mélangeurs, une ou plusieurs charges minérales (noir de carbone, silice), des plastifiants, des agents de mise en œuvre et d'autres ingrédients encore. Il faut savoir que chacun de ces ingrédients joue un rôle bien spécifique et représente souvent une masse supérieure ou égale à celle de l'élastomère de base. Cette opération conduit à un mélange hétérogène, complexe, avec des problèmes rhéologiques spécifiques.

Le comportement de ces compositions est souvent difficile à établir à cause de la coexistence de différents phénomènes, tels que par exemple, le glissement à la paroi, les instabilités d'écoulement ...

Après une revue rapide de ce que peut être la rhéologie des élastomères dans la littérature, nous effectuerons le compte rendu de différentes campagnes d'essais rhéologiques aussi bien en rhéométrie plan-plan qu'en capillaire, effectuées au Cemef, mais aussi au Centre de Recherche d'Hutchinson.

II. Synthèse Bibliographique : Comportement rhéologique des mélanges d'élastomères

II.1. Etude rhéologique des mélanges d'élastomères

Pour mesurer la viscosité, on se place le plus souvent dans des géométries simples où l'on peut connaître facilement le taux et la contrainte de cisaillement à la paroi. On distingue plusieurs types de viscosimètres que nous allons détailler par la suite.

II.1.1. Viscosimètres rotationnels

❖ Le premier rhéomètre utilisé pour la caractérisation de mélanges d'élastomères fut développé par Mooney, [63] [64]. L'échantillon est introduit dans une chambre cylindrique, chauffée, dans laquelle un rotor tourne de façon continue à 2 tr/min (Figure I.1). Le couple résistant exercé par l'échantillon sur le rotor est mesuré. Les parois de la chambre et du rotor sont striées de façon à limiter un éventuel glissement à la paroi. Ce rhéomètre demeure très utilisé dans l'industrie du caoutchouc, comme instrument de contrôle.

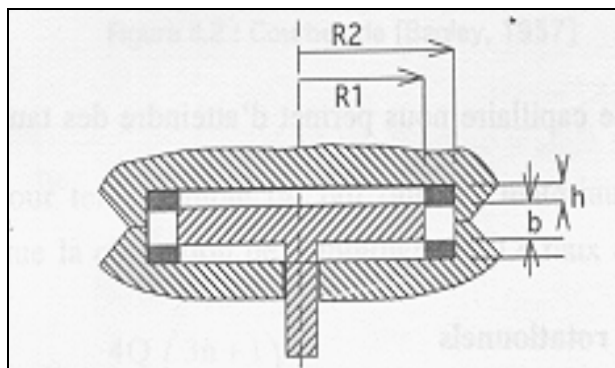


Figure I.1: Viscosimètre à disque de Mooney [63]

Afin de pouvoir réaliser des essais à différentes vitesses de rotation, Mooney modifia son viscosimètre à disque [65], [66].

Ce dispositif fut également amélioré par Wolstenholme [97], qui apporta un aménagement au niveau de l'asservissement en vitesse.

❖ Piper et Scott [71] substituèrent au rotor plat de Mooney un rotor bi-conique. L'avantage réside dans le fait que cette géométrie permet de rendre le taux de cisaillement uniforme dans l'échantillon, entre les plateaux supérieur et inférieur, contrairement à l'autre géométrie. Il est ainsi possible de calculer la viscosité réelle, et non moyenne pour un taux de cisaillement donné.

❖ Gleißle [28], puis Ertong et Schümmer [22] ont utilisé un rhéomètre Weissenberg modifié. L'amélioration apportée à la géométrie plan-plan traditionnelle consiste en une bague fixée autour du plateau supérieur. Son but est d'éliminer toutes surfaces libres où des instabilités pourraient apparaître. La bague et le plateau supérieur n'étant pas reliés, seul le couple s'exerçant sur le plateau est mesuré.

❖ Turner et Moore [84] développent un viscosimètre à rotor, avec une géométrie bicônique, et une zone de Couette. Le matériau est préchauffé dans une chambre de transfert, puis injecté dans la cavité de mesure. Il est ainsi possible de contrôler la pression dans la chambre où s'effectue les mesures. De plus, l'obtention de courbes d'écoulement est rendue possible en faisant varier la vitesse de rotation du rotor, entre 1 et 40 tr/mn, ce qui correspond à des cisaillements de l'ordre de 40 s^{-1} .

❖ Bennani [5] utilise un rhéomètre cône-plan en mode oscillatoire, pour caractériser des caoutchoucs. Cependant, ce procédé ne lui donne accès qu'à de faibles cisaillements, de l'ordre de $0,1$ à 10 s^{-1} . De plus, cela nécessite l'utilisation d'un échantillon préformé. Enfin, la mesure est rendue délicate à faible température, le fluage de l'échantillon étant plus difficile.

II.1.2. Rhéomètre capillaire

Les instruments rotationnels donnent des taux de cisaillement nettement plus faibles que ceux rencontrés en mise en forme. C'est pourquoi, depuis Marzetti [55] et Dillon [17], les instruments d'extrusion, et notamment les rhéomètres capillaires, sont de plus en plus souvent utilisés pour la caractérisation des caoutchoucs.

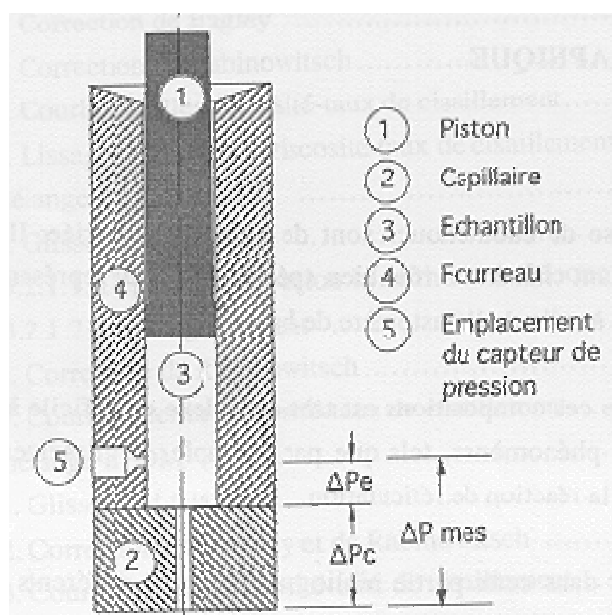


Figure I.2 : Schéma de principe du rhéomètre capillaire

Un rhéomètre capillaire est constitué d'une chambre cylindrique thermorégulée où l'on introduit le matériaux, on le préchauffe, puis on le pousse à l'aide d'un piston à travers un capillaire comme le montre la Figure I.2. La pression est mesurée à l'aide d'un capteur situé en amont du capillaire, dans le fourreau. Il est ainsi possible de déterminer la viscosité en fonction du taux de cisaillement.

Dans l'écoulement capillaire, la vitesse de cisaillement, tout comme la contrainte, varie entre 0 sur l'axe du capillaire jusqu'à une valeur maximale à la paroi. Pour calculer la viscosité, il faut nécessairement utiliser des contraintes et des vitesses de cisaillement au même point. On emploie donc couramment la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}_p$.

Soit le débit Q dans un tube de rayon R :

$$Q = \int_0^R 2\pi r w(r) dr \quad \text{Equation I.1}$$

Une intégration par parties conduit à :

$$Q = \left[\pi r^2 w(r) \right]_0^R - \int_0^R \pi r^2 \frac{dw(r)}{dr} dr \quad \text{Equation I.2}$$

Dans la cas d'une vitesse nulle à la paroi, on obtient :

$$Q = - \int_0^R \pi r^2 \frac{dw(r)}{dr} dr \quad \text{Equation I.3}$$

On effectue un changement de variable entre r et τ suivant l'équation :

$$\tau(r) = \frac{r}{R} \tau_p \quad \text{Equation I.4}$$

$$\frac{Q}{\pi R^3} = - \frac{1}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \tau^2 \frac{dw(r)}{dr} d\tau \quad \text{Equation I.5}$$

En dérivant cette expression par rapport à τ_p on obtient :

$$\frac{3\tau_p^2 Q}{\pi R^3} + \frac{\tau_p^3}{\pi R^3} \frac{dQ}{d\tau_p} = - \tau_p^2 \left. \frac{dw(r)}{dr} \right|_p \quad \text{Equation I.6}$$

En supposant un contact collant à la paroi, le taux de cisaillement apparent à la paroi du capillaire s'écrit :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad \text{Equation I.7}$$

Où Q est le débit volumique imposé et R le rayon du capillaire.

L'expression précédente donne alors accès à l'équation de Rabinovitsch. Le signe négatif disparaît puisque nous considérons les normes des vitesses.

$$\dot{\gamma}_p = \left. \frac{dw(r)}{dr} \right|_p = \frac{3}{4} \dot{\gamma}_{app} + \frac{1}{4} \dot{\gamma}_{app} \frac{d \log \dot{\gamma}_{app}}{d \log \tau_p} \quad \text{Equation I.8}$$

De là découle la correction à effectuer pour relier le taux de cisaillement apparent, $\dot{\gamma}_{app}$, au cisaillement réel $\dot{\gamma}_p$. En définissant l'indice d'écoulement m par :

$$m = \frac{d \log \tau_p}{d \log \dot{\gamma}_{app}} \quad \text{Equation I.9}$$

On obtient :

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_{app} \left(\frac{3m + 1}{4m} \right) \quad \text{Equation I.10}$$

m est déterminé graphiquement à partir des courbes contrainte-taux de cisaillement comme le montre la Figure I.3 Dans la pratique, m varie entre 0,2 et 0,6, pour la plupart des matériaux polymères et il est de l'ordre de 0,1 à 0,3 pour les mélanges de caoutchoucs.

Enfin, la viscosité réelle peut être obtenue par le rapport entre la contrainte réelle et le taux de cisaillement réel à la paroi :

$$\eta = \frac{\tau_p}{\dot{\gamma}_p} \quad \text{Equation I.11}$$

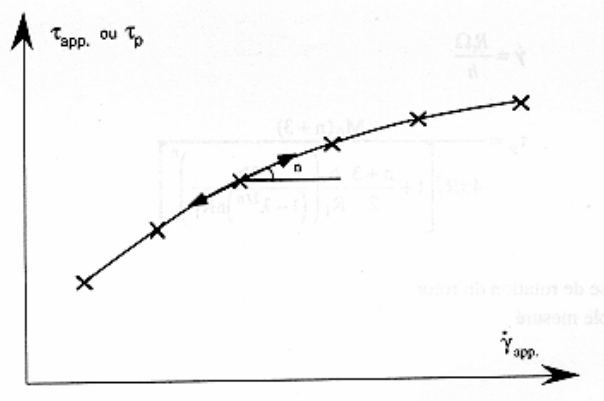


Figure I.3 : Principe de la correction de Rabinowitsch

La perte de charge mesurée dans le rhéomètre est la somme de deux termes :

$$\Delta P_{mes} = \Delta P_c + \Delta P_e \quad \text{Equation I.12}$$

où ΔP_{mes} est la perte de charge mesurée, ΔP_c la perte de charge dans le capillaire et ΔP_e la perte de charge à l'entrée (Figure I.2).

En supposant un contact collant à la paroi, et en n'effectuant aucune hypothèse sur le comportement du matériau, la contrainte de cisaillement apparente en paroi du capillaire τ_{app} peut s'écrire :

$$\tau_{app} = \frac{R \Delta P_{mes}}{2L} \quad \text{Equation I.13}$$

où L est la longueur du capillaire.

En portant la perte de charge mesurée ΔP_{mes} en fonction du rapport L/R à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}_{app}$ donné, on obtient une droite, (Figure I.4) (droite de Bagley) [2]. L'ordonnée à l'origine notée ΔP_e est la perte de charge d'entrée, et la distance notée e entre l'origine et le point d'intersection de cette droite avec l'axe L/R est appelée : terme correctif de Bagley.

On peut calculer la contrainte de cisaillement réelle en paroi en utilisant soit la perte de charge d'entrée ΔP_e :

$$\tau_p = \frac{R(\Delta P_{mes} - \Delta P_e)}{2L} \quad \text{Equation I.14}$$

Ou le terme correctif de Bagley e :

$$\tau_p = \frac{\Delta P_{mes}}{2\left(\frac{L}{R} + e\right)} \quad \text{Equation I.15}$$

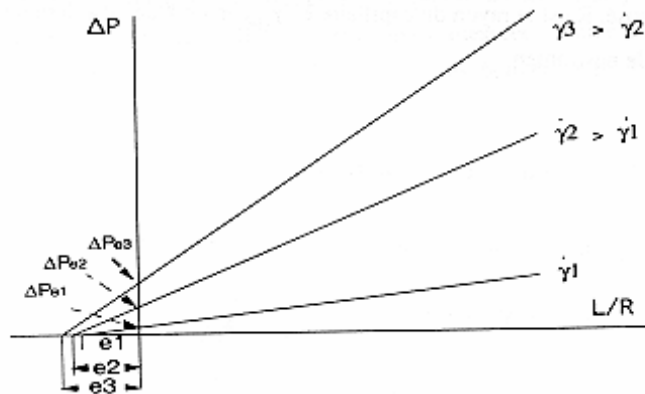


Figure I.4 : Principe de la correction de Bagley

II.2. Mise en évidence du glissement à la paroi

II.2.1. Instruments d'extrusion

Une des hypothèses majeures dans le dépouillement des essais rhéologiques par instrument d'extrusion (capillaire ou filière plate) est que le produit adhère à la paroi de l'écoulement. Or, dans certaines conditions d'écoulement ou pour certains produits, notamment le caoutchouc, cette hypothèse peut être prise en défaut, ce qui conduit à des erreurs importantes dans l'interprétation des données.

Pour mettre en évidence le glissement à la paroi, il existe deux grandes catégories de méthodes :

- Celles qui jouent sur l'état de surface de l'outillage
- Celles qui jouent sur la géométrie

II.2.1.1. Filières rainurées

La première méthode consiste à utiliser des filières de géométries identiques mais d'états de surface différents : une filière rainurée donnera des conditions de non glissement, alors qu'une filière lisse pourra permettre celui-ci. La comparaison des courbes d'écoulement permet alors de conclure :

-Si les courbes contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement apparent sont confondues, il n'y a pas glissement.

-Si les courbes sont distinctes, il y a glissement et la vitesse de glissement correspondante V_g peut être déduite de la différence entre les deux courbes à contraintes données :

$$V_g = \frac{R}{4} (\dot{\gamma}_{(a,l)} - \dot{\gamma}_{(a,r)})$$

Equation I.16

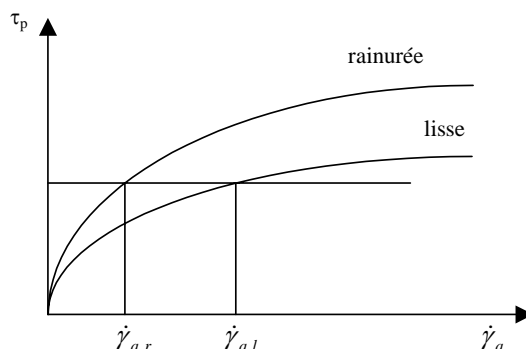


Figure I.5 : Détermination de la vitesse de glissement à la paroi par changement d'état de surface de l'outillage

Cette technique a par exemple été utilisée par Chauffoureaux et al. [14], Knappe et Krumböck [41], ou Funatsu et Sato [27] sur des PVC, ou encore par Mourniac et al. [68] sur des mélanges SBR et Mezry [58] sur des mélanges d'EPDM.

La difficulté majeure de cette technique concerne l'importance des rainures nécessaires pour assurer le non-glissement, et l'effet de ces rainures sur les paramètres géométriques utilisés dans l'interprétation des résultats. De plus, nous ne sommes pas certains d'avoir un non glissement mais simplement un glissement partiel sur la géométrie rainurée. Ce cas de figure nous donnerait effectivement des courbes de contraintes distinctes, mais ne permettrait pas d'aboutir à la vitesse de glissement réelle. De plus, si les rainures sont trop importantes, nous ne conservons pas la même géométrie...

II.2.1.2. Méthode de Mooney

La seconde méthode a été développée par Mooney [62] et est de loin la plus largement employée dans ce domaine. Elle repose sur le fait que les relations entre contrainte et taux de cisaillement en paroi sont indépendantes de la géométrie. Elle consiste à utiliser des capillaires de diamètres différents. Ici aussi, l'obtention de courbes contrainte en fonction du taux de cisaillement apparent superposées est le gage de conditions de non-glissement, alors que des courbes distinctes permettent de conclure à un glissement à la paroi (à la condition supplémentaire d'être rangées dans l'ordre de diamètres croissants, Figure I.6).

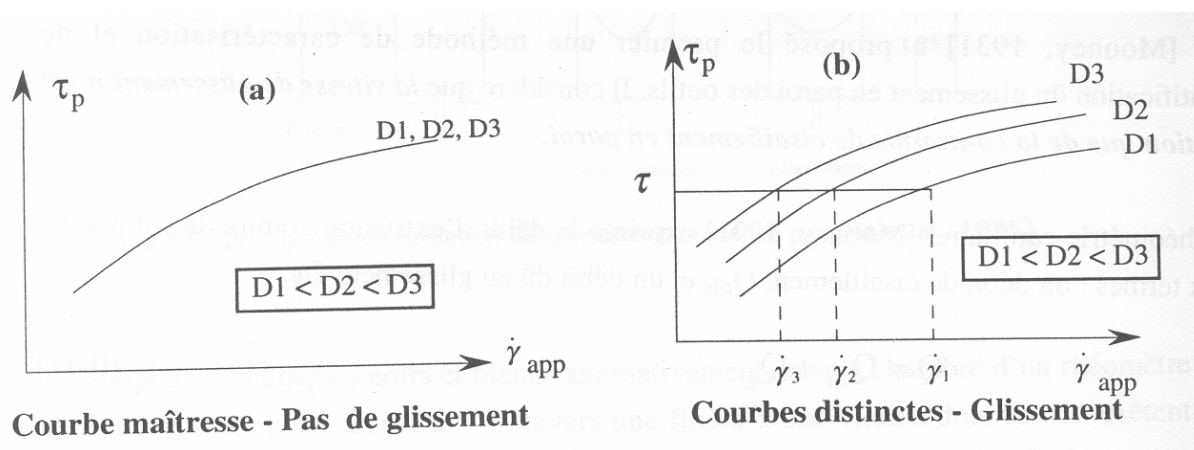


Figure I.6 : Mise en évidence du glissement par la méthode de Mooney

II.2.1.3. Visualisation

❖ Ma et al [51], White [92] ont réussi à visualiser le comportement de glissement à la paroi du réservoir du rhéomètre capillaire. Ils ont utilisé pour cela des marqueurs blancs dans le mélange cru, en empilant des disques noirs et blancs, alternativement dans la chambre du rhéomètre.

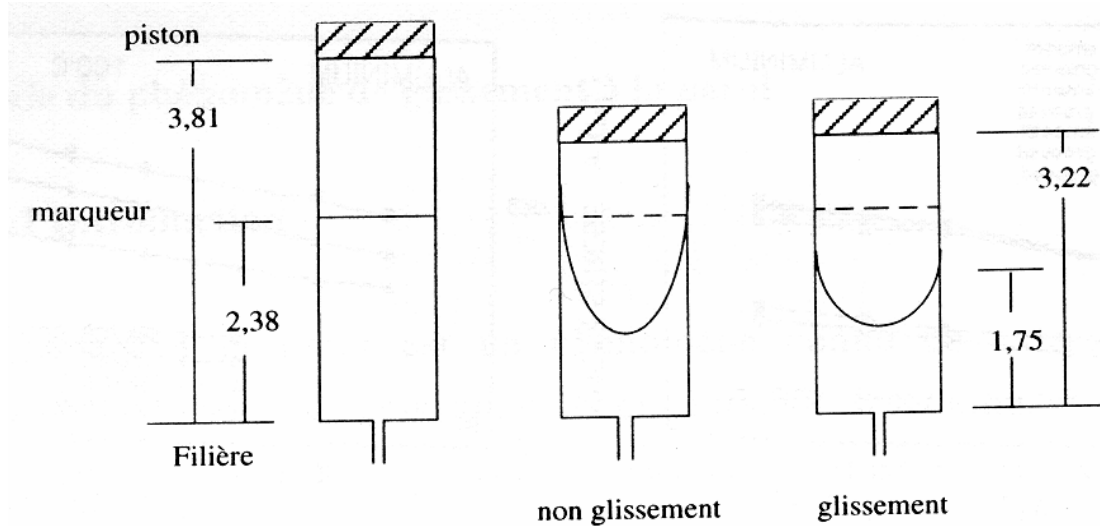


Figure I.7 : Principe de visualisation du glissement présenté par Ma et al. [51]

La Figure I.7, montre le principe de la méthode. Pour éviter le problème de relaxation, ils ont augmenté la température du système à 150°C pour vulcaniser le mélange après avoir stoppé l'extrusion, et avant de le retirer du réservoir. La position du marqueur, après écoulement dans une filière, permet de déterminer les conditions aux limites. Ils trouvent que le glissement est inexistant dans le cas de l'élastomère de base (SBR) et augmente avec la teneur en noir de carbone (Figure I.8). Ils constatent aussi que le glissement augmente avec le taux de cisaillement appliqué au mélange (Figure I.9).

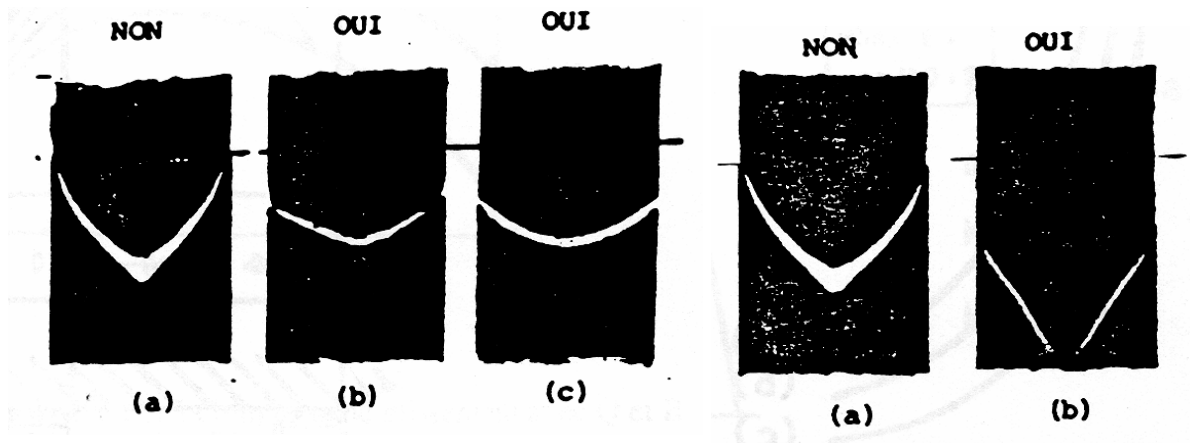


Figure I.8 : Visualisation du glissement d'un mélange à base de SBR et à $\dot{\gamma}_a = 1.78.10^{-2} \text{ s}^{-1}$ [51]

- a- élastomère SBR +10 vol. % de noir de carbone
- b- élastomère SBR +20 vol. % de noir de carbone
- c- élastomère SBR +30 vol. % de noir de carbone

Figure I.9 : Influence du taux de cisaillement sur le glissement de l'élastomère SBR chargé de 10vol.% de noir [51]

- a- $\dot{\gamma}_a = 1.78.10^{-2} \text{ s}^{-1}$ b- $\dot{\gamma}_a = 1.78.10^{-1} \text{ s}^{-1}$

❖ La visualisation du glissement de Ma et al. concerne la paroi du réservoir. Mezry [58] s'est plutôt intéressé au marquage dans la capillaire. La filière utilisée pour cette étude est de diamètre 4 mm et de longueur 100 mm. Après avoir compacté le mélange noir, la filière est retirée, et un disque de mélange blanc est placé juste à l'entrée de la filière. Le champ de déformation du marqueur après écoulement permet de mettre en évidence le glissement (Figure I.10). Mezry s'est intéressé à deux mélanges à base d'EPDM, comprenant notamment du noir de carbone, de la craie et des agents de mise en œuvre tels que l'acide stéarique ou le stéarate de zinc.

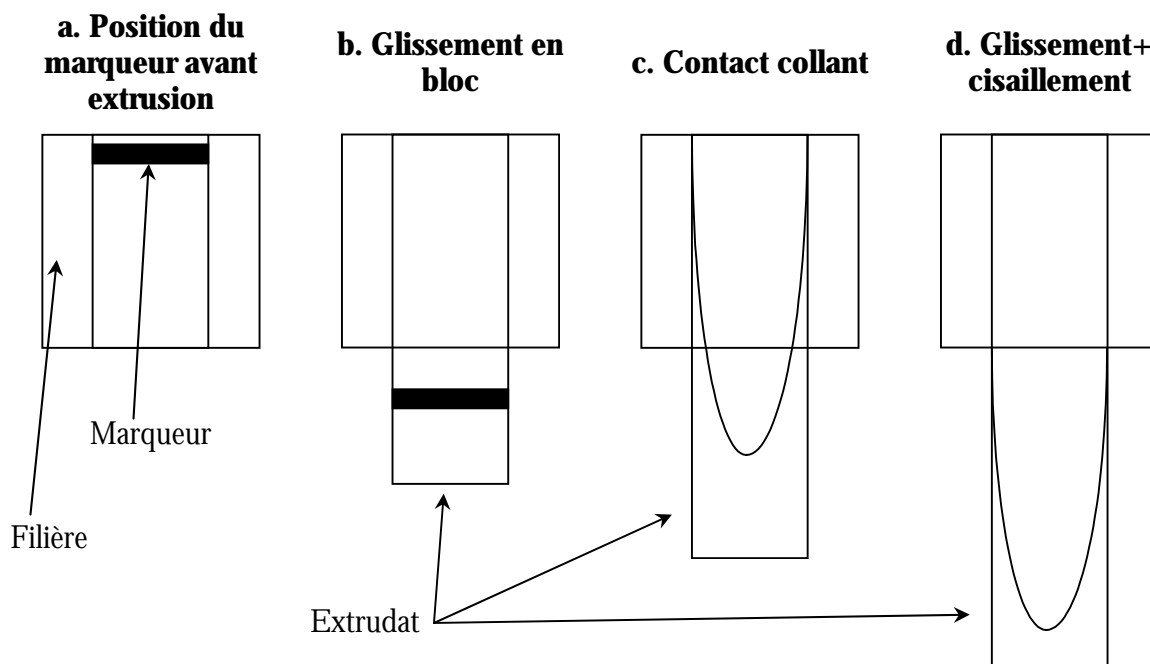


Figure I.10 : Mise en évidence du glissement selon Mezry [58]

Les photographies de la Figure I.11 illustrent le champ de déformation du marqueur dans le mélange. Les profils de déformation s'étalent sur tout le diamètre du capillaire. Il y a donc selon l'auteur existence simultanée du glissement et du cisaillement. Le débit expérimental peut ainsi s'écrire comme la somme de deux composantes, l'une liée au cisaillement, l'autre au glissement.

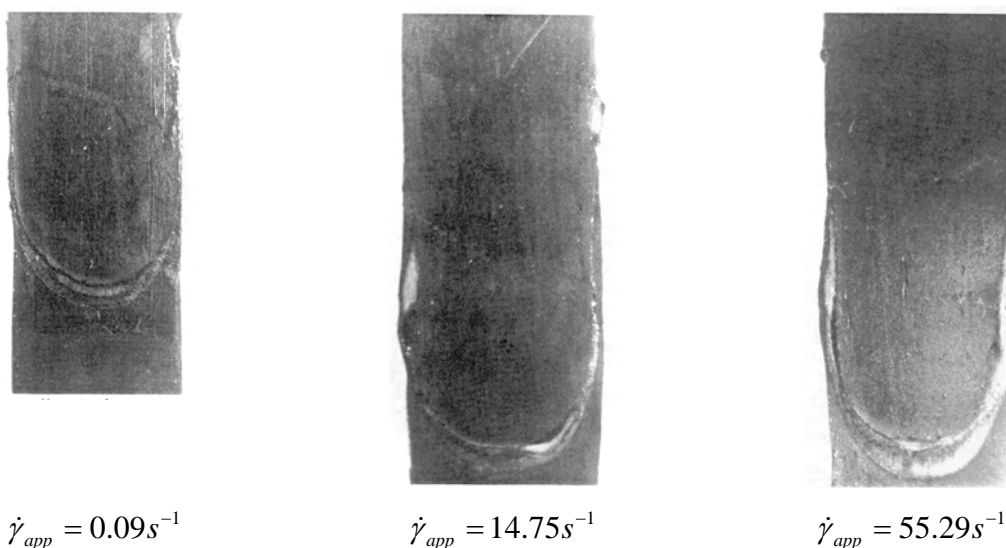


Figure I.11 : Visualisation du glissement par Mezry [58]

II.2.1.4. Influence de la pression

❖ Uhland [86] décrit le phénomène de glissement par une loi de frottement de Coulomb, μ étant le coefficient de frottement.

$$\tau = -\mu.P$$

Equation I.17

Il met en évidence une évolution du glissement le long du capillaire et décrit deux zones successives (Figure I.12). Pour une cote z comprise entre 0 et z_1 ($0 < z < z_1$) le mélange colle à la paroi à pression élevée, pour z compris entre z_1 et L ($z_1 < z < L$) le mélange glisse à faible pression.

Le glissement apparaît à partir de la cote z_1 puis augmente avec la décroissance de la pression jusqu'à ce que l'écoulement devienne un écoulement bouchon en sortie de filière. La vitesse de glissement est une fonction de la pression. Uhland obtient une relation entre la vitesse de glissement, le gradient de cisaillement et la longueur z :

$$Vg = \frac{Q}{\pi R^2} - \frac{R}{\left(\frac{3m+1}{m} K^{1/m}\right)} (\mu P_L)^{1/m} \exp\left(\frac{2\mu}{mR}(L-z)\right)$$

Equation I.18

P_L est la pression pour $z=L$. La vitesse de glissement augmente en fonction du cisaillement dans le capillaire et aussi le long du capillaire pour se stabiliser à la fin de ce dernier.

❖ Jepsen et Rabiger [33] travaillent sur des mélanges EPDM en rhéométrie capillaire. Selon les auteurs, il existe une contrainte minimale en dessous de laquelle le mélange se comporte comme un solide avec un frottement de type Coulomb. Dans ce cas, la vitesse de glissement dépend de la pression moyenne. Aux contraintes de cisaillement élevées, le mélange se comporte comme un fluide avec un glissement indépendant de la pression. La validité de cette étude peut toutefois être remise en cause car les auteurs n'ont pas effectué la correction de Bagley et ils travaillent avec des rapport L/D courts, inférieurs à 10.

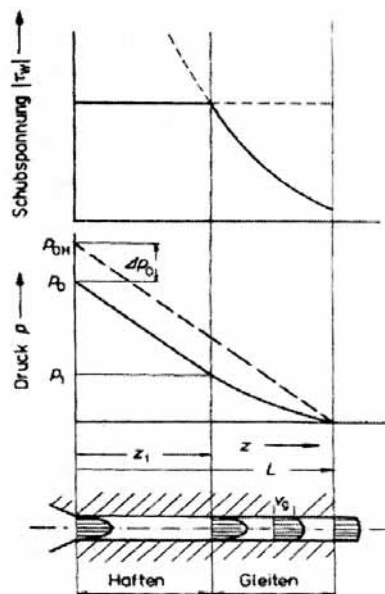


Figure I.12 : Evolution de la pression dans un capillaire [86]

II.2.2. Instruments rotationnels

La rugosité étant supposée annihiler tout phénomène de glissement en paroi, la comparaison des résultats expérimentaux obtenus pour deux états de surface, lisse et rugueux, permet de conclure, à l'existence ou non d'un contact collant à la paroi de la géométrie de surface lisse. Cependant, nous pouvons faire ici la même remarque que précédemment, c'est à dire qu'il est difficile de s'assurer d'une condition de non glissement et non de glissement partiel.

II.2.2.1. Différents états de surface de l'outillage

❖ Des expériences menées par Turner et Moore [84] sur un rhéomètre bi-conique, ont montré qu'il pouvait y avoir glissement entre le mélange de caoutchouc et la surface métallique du rotor. Ils ont utilisé des rotors ayant différents états de surface et vérifié que la mesure du couple résistant donnait des valeurs différentes suivant le rotor utilisé. Ceci a été interprété par l'existence d'un glissement dans le cas des rotors lisses. Ce glissement est inexistant si l'on utilise un élastomère pur. En fait, on trouve avec trois rotors de mêmes dimensions (un rainuré, un rugueux et un lisse) une courbe maîtresse pour un élastomère de base et trois courbes distinctes pour une formulation industrielle (Figure I.13).

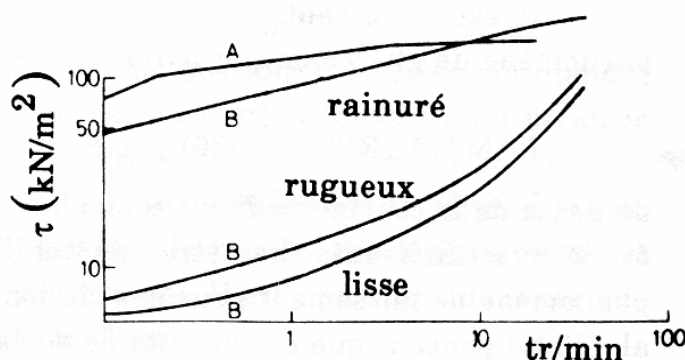


Figure I.13 : Effet du type et de la vitesse de rotation du rotor (Turner et Moore [84])
A Elastomère de base, B Formulation industrielle

❖ A des pressions imposées de 2MPa, White et al. [95], constatent un glissement du mélange SBR contenant 20% (en volume) de carbone et 7% de stéarate de zinc. Il ont remarqué une différence significative entre les contraintes obtenues par les rotors lisse et rainuré, alors que cette différence est inexistante dans le cas du même mélange dépourvu de stéarate de zinc (Figure I.14). Selon les auteurs, ceci indique que la surface du métal est enduite par une couche de stéarate de zinc agissant comme lubrifiant.

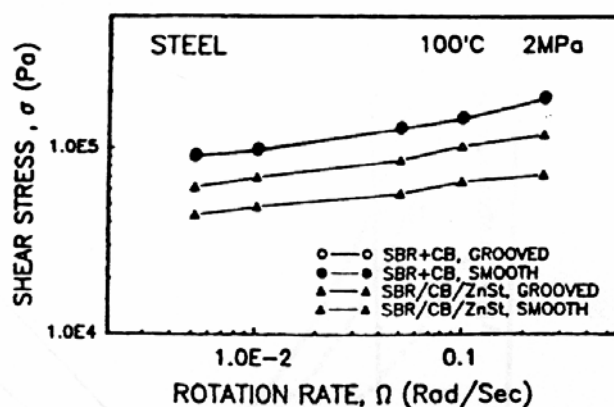


Figure I.14 Influence du stéarate de zinc [95]

II.2.2.2. Visualisation

❖ Lawal et Kalyon [46] ont mis en évidence le glissement en paroi d'un fluide viscoélastique (suspension concentrée). Cette technique, même si elle n'a pas été appliquée à des mélanges d'élastomères, nous paraît représentative de la visualisation du glissement à la paroi en caractérisation avec des instruments rotationnels.

La Figure I.15,1 montre l'échantillon soumis à une torsion entre deux disques parallèles. Le disque supérieur tourne, tandis que le disque inférieur est fixe. Avant toute déformation, à l'état initial, un trait est tracé sur l'échantillon et les disques.

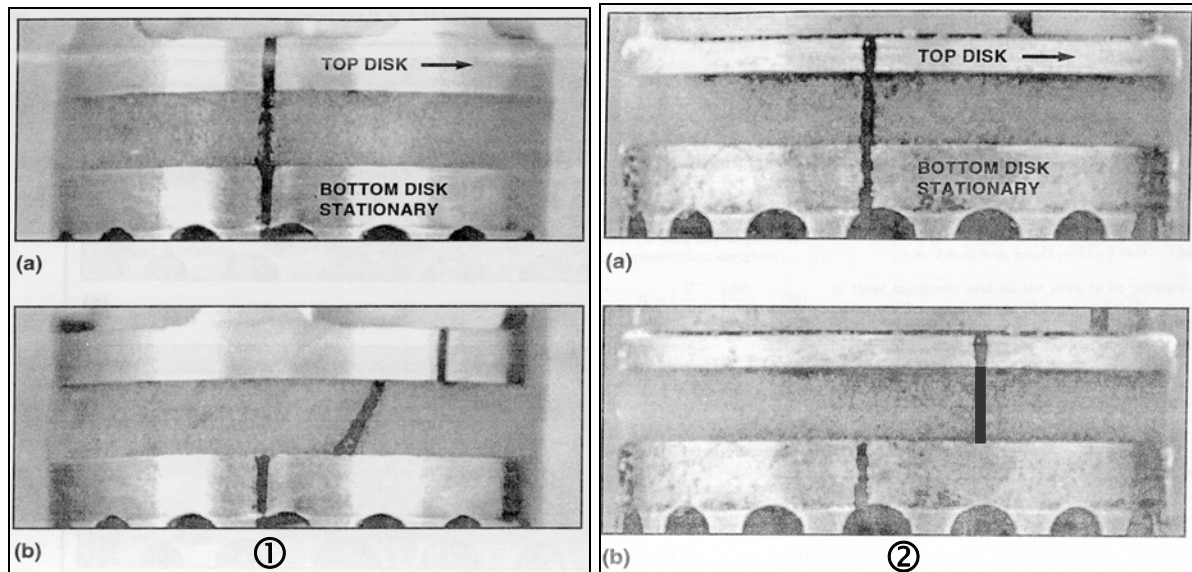


Figure I.15 : Visualisation du glissement [46]

① Torsion d'un PBAN à 25°C, les deux surfaces des disques sont lisses.

② Torsion d'un PBAN à 25°C, la surface du disque supérieur est rugueuse, celle du disque inférieur est lisse.

Après déformation, une discontinuité du trait apparaît aux deux interfaces matériaux/disques, ce qui laisse supposer un glissement à la paroi (Figure I.15,1).

On peut distinguer sur la Figure I.15,2 un glissement sur le disque inférieur et un contact collant sur le disque supérieur du matériaux. En effet une discontinuité n'est présente que sur le disque du bas. Ceci est dû au fait que le disque supérieur a été volontairement usiné afin de le rendre rugueux.

II.2.2.3. Influence de la pression

❖ Grâce à la chambre de transfert placée en amont de la cavité, permettant d'imposer la pression, Turner et Moore [84], ont étudié le comportement du glissement en fonction de la pression. Les auteurs trouvent pour un EPDM fortement chargé en noir et en huile que l'application de 100 bars dans la chambre réduit la vitesse de glissement de 20 %.

❖ Montes et al. [61] ont également étudié l'influence de la pression sur le glissement, avec le même viscosimètre que Turner et Moore [84]. Ils ont observé, pour plusieurs gommages d'élastomères, une chute brutale de la contrainte quand la pression imposée est réduite à la pression atmosphérique (Figure I.16). A pression imposée supérieure à 1MPa, la contrainte de cisaillement devient indépendante de celle-ci. Ils interprètent ce résultat par l'existence du

glissement à faibles pressions. A pression élevée, la force normale perpendiculaire à la paroi devient importante par rapport à la contrainte de cisaillement, empêchant tout glissement.

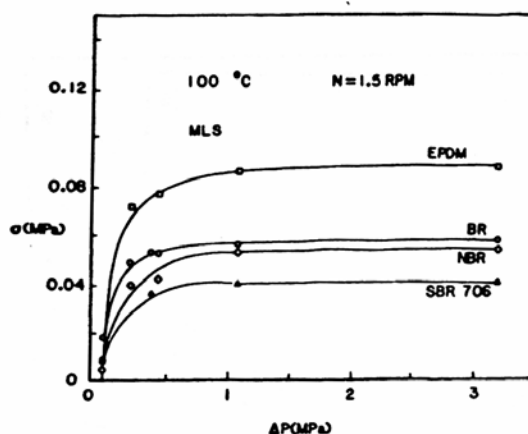


Figure I.16 : Contrainte en fonction de la pression pour différents élastomères à $\gamma = 1.5s^{-1}$ [61]

Finalement, les résultats concernant l'influence de la pression restent assez controversés. En effet, Mooney prétend que la vitesse de glissement ne dépend pas de la pression. D'autres auteurs, par contre, remarquent une influence de ce facteur physique. Cette considération expliquerait peut être les résultats incohérents obtenus parfois avec la méthode de Mooney.

II.2.2.4. Influence de la température

Tous les auteurs s'accordent pour dire que la vitesse de glissement augmente avec la température. La thermodépendance peut être plus ou moins importante selon la nature de l'élastomère étudié. Elle est souvent modélisée soit par une loi de type WLF, soit par une loi de type Arrhénius. La température favorise la diffusion vers la paroi des agents incompatibles avec l'élastomère, et donc le glissement. En dessous d'une certaine température, l'agent diffuse mal et la fine couche lubrifiante ne se forme pas, d'où une absence de glissement ou un glissement de Coulomb, de type bouchon, la mobilité moléculaire n'étant pas suffisante pour entraîner une déformation du matériau.

Par exemple, Turner et Moore [84], confirment l'augmentation de la vitesse de glissement pour le mélange EPDM avec la température (Figure I.17). Ils remarquent aux températures élevées (120°C) une croissance rapide de la vitesse de glissement lorsque la contrainte augmente et aux basses températures (40°C) une faible croissance.

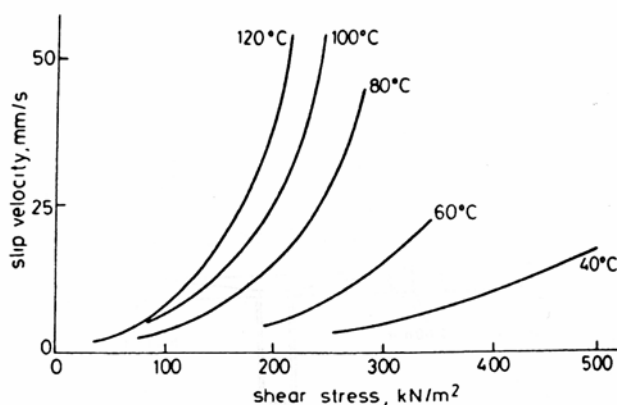


Figure I.17 : Effet de la contrainte et de la température sur le glissement [84]

II.2.3. Quantification du glissement

II.2.3.1. La méthode de Mooney

Mooney [62] a proposé le premier une méthode de caractérisation et de quantification du glissement. Il suppose que la vitesse de glissement V_g n'est fonction que de la seule contrainte de cisaillement à la paroi τ_p . En rhéométrie capillaire, il exprime le débit d'extrusion comme la somme de deux termes :

L'équation II.3 présentée précédemment s'écrit :

$$Q = \left[\pi r^2 w(r) \right]_0^R - \int_0^R \pi r^2 \frac{dw(r)}{dr} dr \quad \text{Equation I.19}$$

Si la vitesse à la paroi est égale à V_g , cela conduit à :

$$Q = \pi R^2 V_g - \int_0^R \pi r^2 \frac{dw(r)}{dr} dr = Q_g + Q_{cis} \quad \text{Equation I.20}$$

Q_g est le débit dû au glissement et Q_c le débit résultant du cisaillement.

Mooney postule que la vitesse de glissement ne dépend que de la cission en paroi subie par le produit : $V_g(\tau_w)$.

Or, par définition :

$$\dot{\gamma} = -\frac{dw}{dr} \quad \text{Equation I.21}$$

et le taux de cisaillement est fonction de la contrainte, d'où le débit total Q :

$$Q = \pi \int_0^R \dot{\gamma}_{(\tau)} r^2 dr + \pi R^2 V_g \quad \text{Equation I.22}$$

En effectuant le changement de variable $r \rightarrow \tau = \tau_p \frac{r}{R}$, Mooney donne l'expression du débit en fonction de τ :

$$Q = \pi R^2 V_g(\tau_w) + \frac{\pi R^3}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \dot{\gamma}_{(\tau)} \tau^2 d\tau \quad \text{Equation I.23}$$

Nous pouvons dès lors exprimer le taux de cisaillement apparent en fonction de la contrainte τ :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R^3} = \frac{4}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \dot{\gamma}_{(\tau)} \tau^2 d\tau + \frac{4V_g}{R} = A(\tau_p) + \frac{4V_g}{R} \quad \text{Equation I.24}$$

avec $\tau_p = \frac{R \Delta P}{2L}$

En traçant $\dot{\gamma}_{app}$ en fonction de $1/R$ à contrainte τ_p donnée, on va obtenir une droite, dont l'ordonnée à l'origine donne $\dot{\gamma}_a$ (c'est le taux de cisaillement apparent sans glissement) et la pente $4V_g$.

En répétant cette procédure pour différentes valeurs de τ_p on obtient un faisceau de droites et les valeurs de V_g et $\dot{\gamma}_a$ correspondantes. On peut donc obtenir à la fois les vitesses de glissement et le comportement corrigé du matériau.

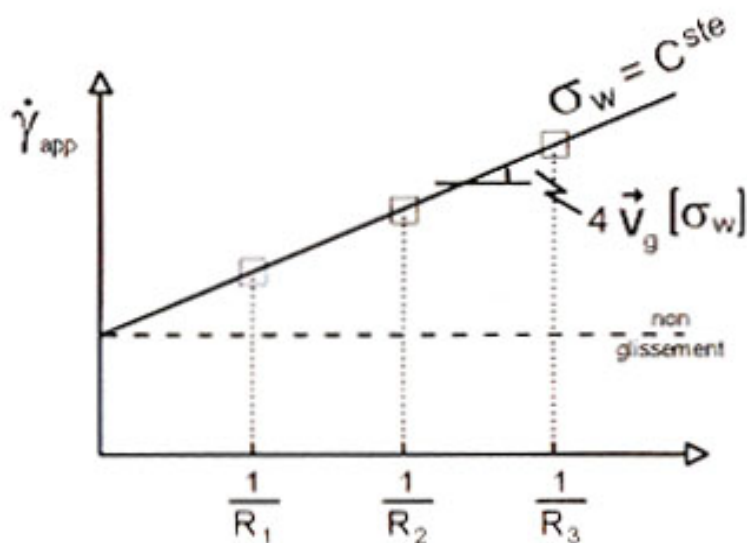


Figure I.18 : Détermination de la vitesse de glissement, MOONEY [62]

La littérature regorge d'exemples d'application de cette technique sur divers mélanges : Kanu et Shaw [36], Karam [37] [38], Geiger [29], Wiegrefe [89], Jepsen et Rabiger [33], Boube et al. [9] Vergnes et al. [88] Mezry [58], Lanteri [43]...

Montrons par exemple les courbes obtenues par Kanu et Shaw [36] pour un mélange à base d'EPDM (Figure I.19), ou par Dimier et al. [18] sur un mélange de caoutchouc naturel (Figure I.20).

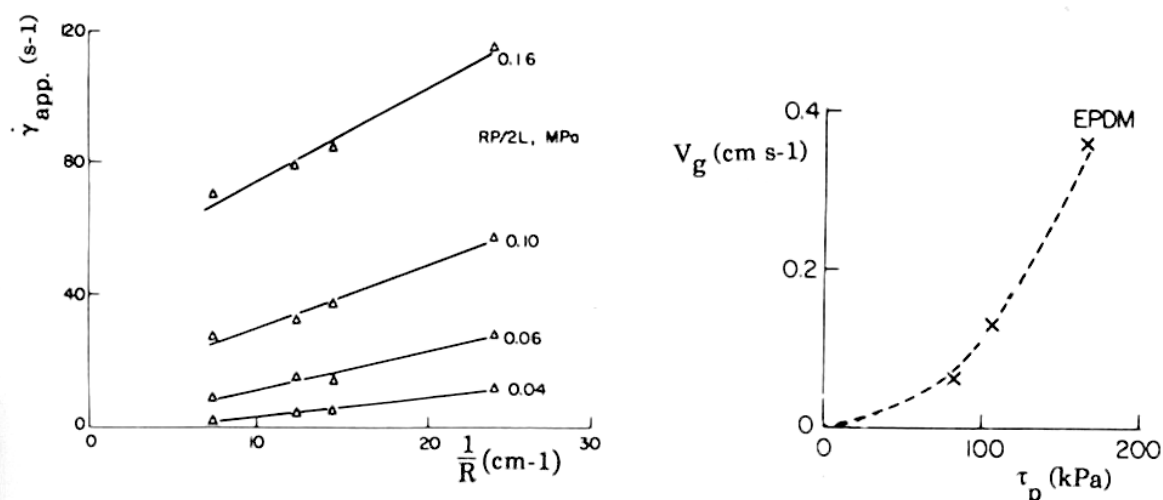


Figure I.19 : Dépouillement de Mooney, Kanu et Shaw [36]

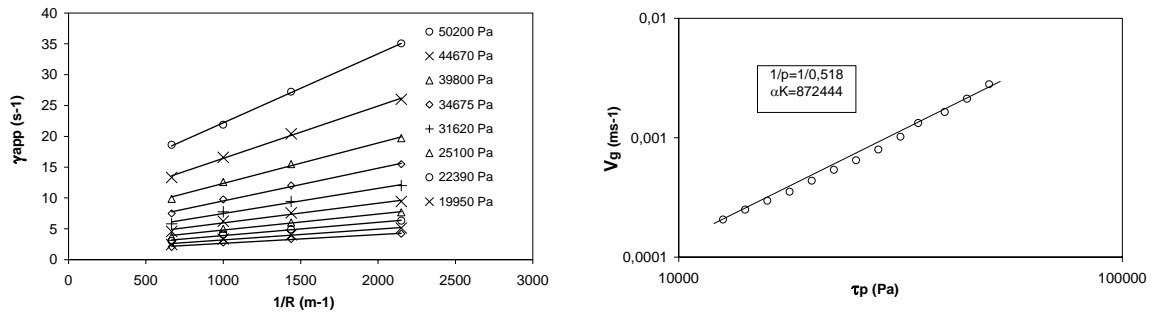


Figure I.20 : Dépouillement de Mooney sur un mélange de caoutchouc naturel à 100°C, Dimier [18]

La Figure I.21 présente les résultats de Karam [37] sur des mélanges de SBR. Si le dépouillement à 80°C semble correct, en revanche, pour les températures de 100°C et 120°C, il est net que nombre de droites ont une ordonnée à l'origine négative. Il n'est donc pas très raisonnable de tracer les vitesses de glissement en fonction de la contrainte pour des températures supérieures à 80°C. Même si l'auteur montre que la vitesse de glissement augmente avec la contrainte de cisaillement et avec la température (résultats en accord avec la littérature), il est possible de remettre en cause son dépouillement.

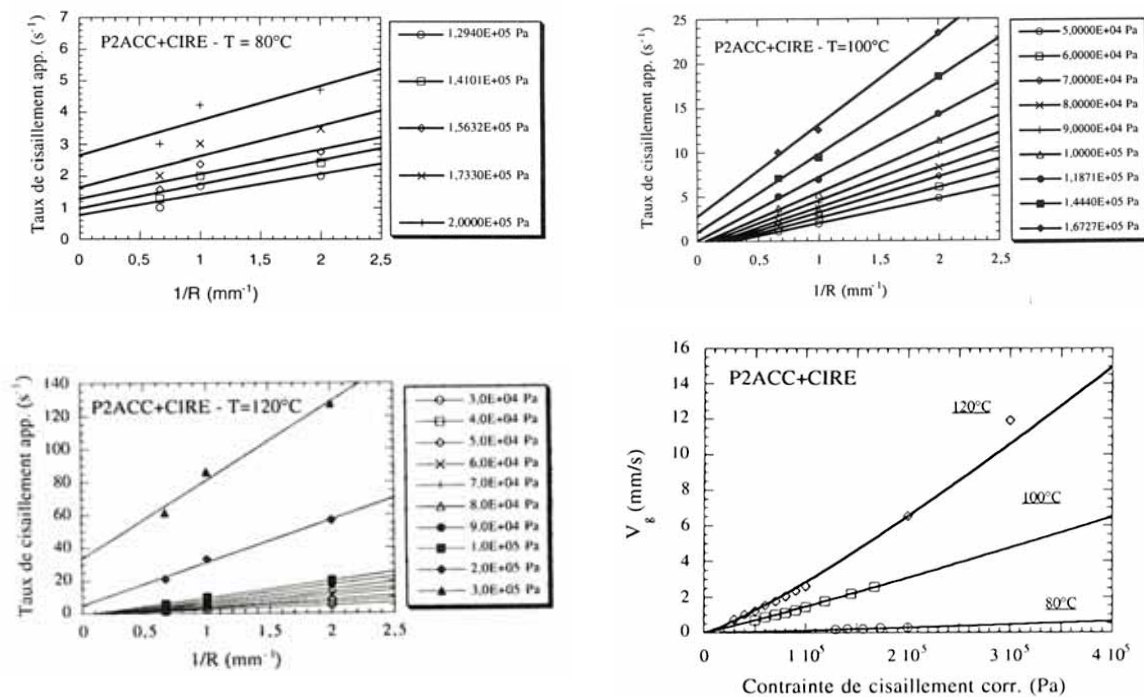


Figure I.21 : Dépouillement de Mooney sur un mélange de SBR à 80°C, Karam [37]

Comme pour le dépouillement précédent, dans un certain nombre de cas, particulièrement pour les caoutchoucs chargés, la méthode de Mooney peut être mise en défaut, [29], [89],[67], [68], [88], [43]. On peut en déduire que V_g dépend d'autres paramètres que la contrainte de cisaillement à la paroi, et la plupart des auteurs intègrent alors une dépendance par rapport à la géométrie locale, même si cette relation perd alors beaucoup de son sens physique.

En fait il existe deux types de résultats qui mettent en défaut la méthode de Mooney. Ils se visualisent clairement sur le tracé du taux de cisaillement en fonction de $1/R$ préconisé par Mooney :

Soit les droites obtenues ont des ordonnées à l'origine négatives (Figure I.21) ce qui signifie que les vitesses de glissement sont supérieures aux vitesses moyennes d'écoulement.

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4\bar{V}}{R} = \dot{\gamma}^* + \frac{4\bar{V}_g}{R} \quad \text{Equation I.25}$$

et

$$\dot{\gamma}^* < 0 \Rightarrow \bar{V} < V_g \quad \text{Equation I.26}$$

En d'autres termes, le débit de cisaillement est négatif et le mélange s'écoule selon un gradient positif de pression, ce qui viole les lois de la mécanique. On aboutit alors à un résultat physique inacceptable.

Soit les points sont mal alignés, comme le montrent les résultats de Lanteri [43] par exemple (Figure I.22).

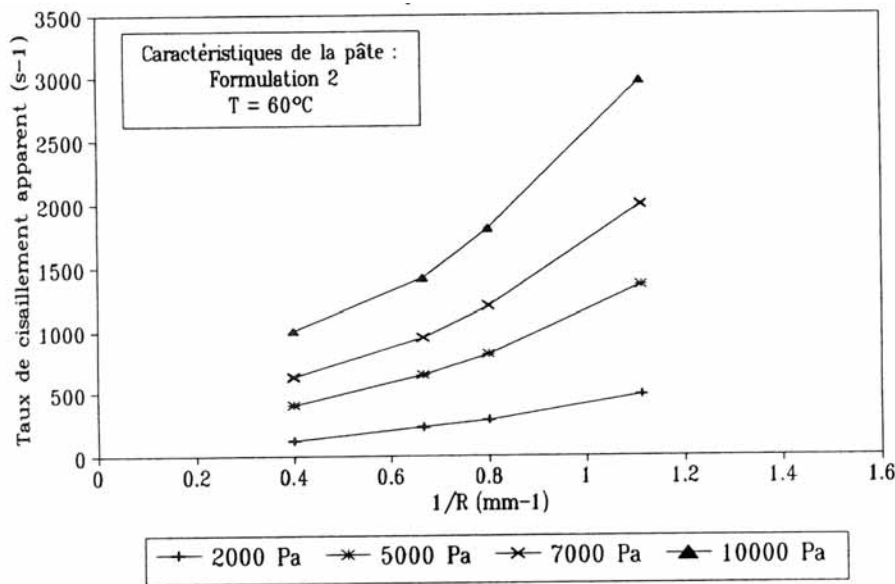


Figure I.22 : Dépouillement de Mooney [43]

Pour palier ces deux problèmes majeurs, des auteurs ont effectué des dépouillements permettant de limiter ces effets en incluant dans leur dépouillement l'influence de la géométrie par exemple.

II.2.3.2. La méthode de Wiegreffe

Wiegreffe [89] analyse l'écoulement d'un EPDM et d'un SBR contenant 4% de stéarate de zinc en rhéométrie capillaire et filière plate. Pour ces mélanges, les résultats permettent de conclure à l'existence d'un glissement à la paroi.

Dans le dépouillement de la vitesse de glissement, Wiegreffe suppose que celle-ci est inversement proportionnelle au rayon et admet que le débit volumique total est la somme de deux composantes : l'une due au glissement et l'autre à l'écoulement de cisaillement.

Le taux de cisaillement apparent s'écrit alors

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4V_g}{R} + A(\tau_p) \quad \text{Equation I.27}$$

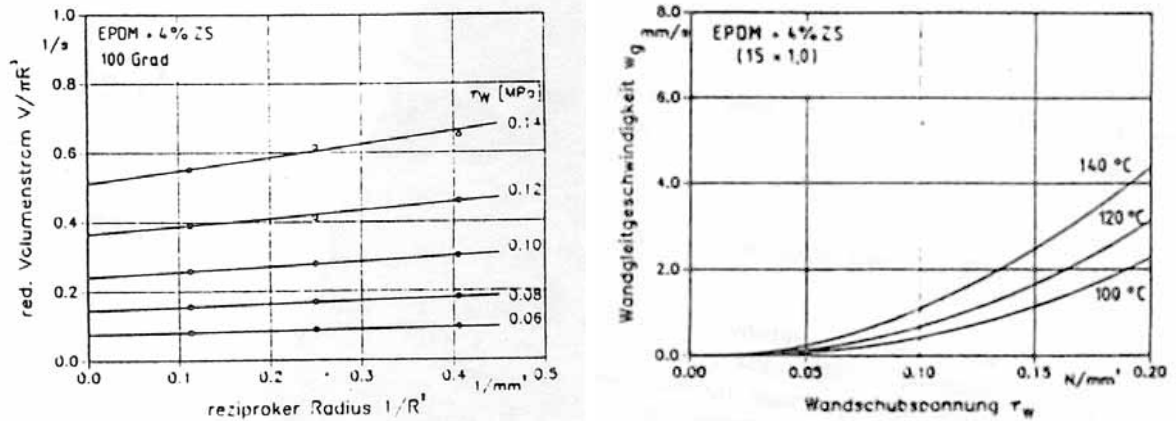
avec

$$V_g = \frac{a(\tau_p)}{R} \quad \text{Equation I.28}$$

on obtient :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4.a(\tau_p)}{R^2} + A(\tau_p) \quad \text{Equation I.29}$$

Le taux de cisaillement apparent est alors porté en fonction, non pas de l'inverse de R (méthode de Mooney), mais de l'inverse de R^2 (Figure I.23). L'auteur calcule ainsi l'évolution de la vitesse de glissement en fonction de la contrainte de cisaillement. Les courbes obtenues ont une allure en puissance.



Débit réduit en fonction de $1/R^2$

Vitesse de glissement en fonction de la contrainte

Figure I.23 : Dépouillement de Wiegrefe [89]

Il paraît cependant raisonnable d'émettre quelques doutes. Tout d'abord, les courbes sont obtenues pour des rapports L/D différents puisque la longueur des capillaires est la même. De plus, Wiegrefe ne travaille que sur une décade de taux de cisaillement. Enfin, il ne donne aucune justification quant au fondement de cette hypothèse. Ceci lui permet simplement de tracer des courbes fournissant une valeur positive pour le taux de cisaillement. Cette méthode (en $1/R^2$) permet d'obtenir un meilleur alignement des points lorsque ceux-ci ne sont pas alignés avec la méthode de Mooney (en $1/R$). Cependant, elle ne garantit pas une ordonnée à l'origine positive, gage d'une vitesse de glissement physiquement acceptable. Cette méthode peut malgré tout se justifier physiquement : il existe des modèles d'écoulement pour les milieux biphasiques montrant, par effet migratoire, un comportement pouvant s'analyser par un glissement apparent en paroi, vérifiant une dépendance en $1/R$ de la vitesse de glissement, [43]. Le modèle montre la présence d'une couche pariétale appauvrie en charge minérale et s'écrit :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{8(1-\phi)^2 \tau_p}{kR^2} + \frac{4}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \tau^2 \dot{\gamma}(\tau) d\tau = \frac{\beta(\tau_p)}{R^2} + A(\tau_p) \quad \text{Equation I.30}$$

avec ϕ la fraction volumique de charge, k le coefficient d'interaction entre les deux constituants et R le rayon du tube. Ce modèle diphasique permet d'interpréter la dépendance de la vitesse de glissement avec le diamètre et on retrouve l'expression proposée par Wiegrefe, où le taux de cisaillement apparent est fonction de $1/R^2$.

II.2.3.3. La méthode de Geiger

Geiger [29] a examiné l'écoulement de deux mélanges de caoutchouc à base d'élastomère EPDM dans des filières plates. Ces mélanges sont chargés à 40% en volume de noir de carbone et 34% d'huile. Un de ces deux mélanges contient du stéarate de zinc agissant comme lubrifiant.

Le dépouillement de Mooney donne des ordonnées à l'origine négatives pour les droites correspondant aux différentes contraintes de cisaillement (Figure I.24).

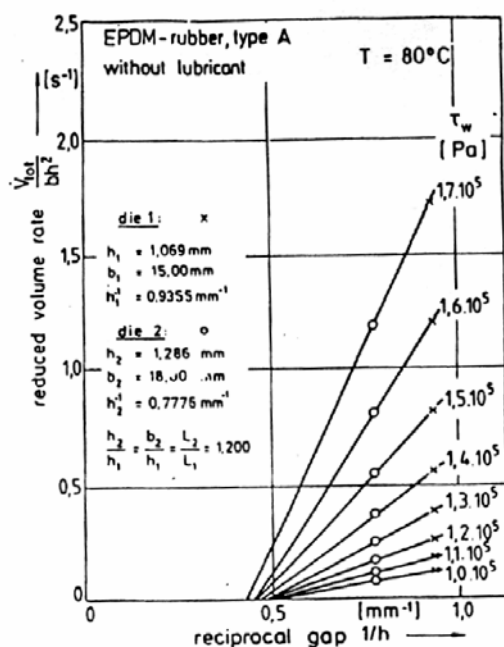


Figure I.24 : Dépouillement de Mooney (Geiger [29])

Geiger remet alors en cause l'hypothèse de Mooney, et suppose une dépendance de la vitesse de glissement non seulement en fonction de la contrainte, mais aussi du rayon, comme Wiegrefe.

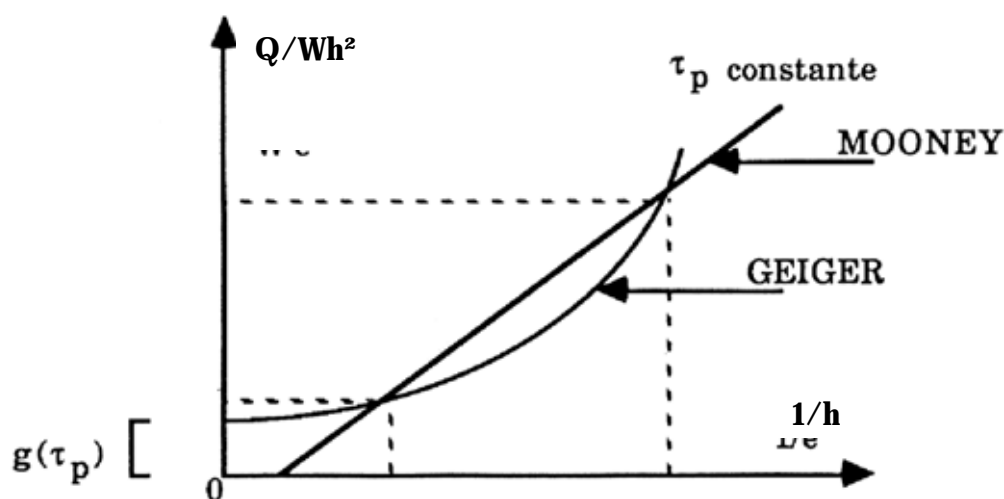


Figure I.25 : Principe du dépouillement du glissement en filière plate Geiger [29]

Geiger postule que le taux de cisaillement apparent $\dot{\gamma}_{app}$ et le taux de cisaillement apparent sans glissement $g(\tau_p)$ sont reliés par une expression de la forme.

$$\dot{\gamma}_{app} = g(\tau_p) \cdot F(h, \tau_p) \quad \text{Equation I.31}$$

Geiger fait alors l'hypothèse d'une dépendance exponentielle de F :

$$F(h, \tau_p) = \exp\left(\frac{a(\tau_p)}{h}\right) \quad \text{Equation I.32}$$

Il développe une méthode de quantification en supposant que le débit total d'extrusion est la somme du débit de glissement et du débit de cisaillement et qu'il s'écrit aussi sous la forme d'un produit du débit de cisaillement par la fonction "F" dépendant de l'épaisseur de la filière plate "h" (de largeur w) et de la contrainte de cisaillement en paroi :

$$Q_T = Q_c + Q_g = F(h, \tau_p) Q_c = F(h, \tau_p) \cdot w h^2 g(\tau_p) \quad \text{Equation I.33}$$

Soit en logarithme :

$$\text{Log}\left(\frac{\dot{\gamma}_{app}}{6}\right) = \log\left(\frac{Q_T}{w \cdot h^2}\right) = \frac{a(\tau_p)}{h} + \log(g(\tau_p)) \quad \text{Equation I.34}$$

A contrainte à la paroi imposée, la représentation graphique de $\text{Log}\left(\frac{\dot{\gamma}_{app}}{6}\right) = f(1/h)$ est une droite dont la pente est $a(\tau_p)$ et dont l'ordonnée à l'origine est $\log(g(\tau_p))$

La vitesse de glissement vérifie toujours la relation de Mooney , et on peut écrire l'expression de la vitesse de glissement :

$$V_g(\tau_p, h) = h \cdot g(\tau_p) \cdot \left(e^{\frac{a(\tau_p)}{h}} - 1 \right) \quad \text{Equation I.35}$$

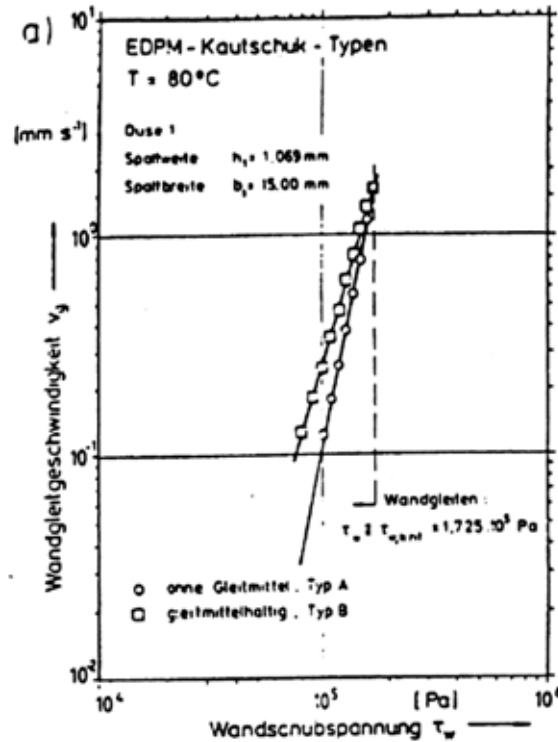


Figure I.26 : Dépouillement du glissement (Geiger [29])

Les résultats du dépouillement sont représentés sur la Figure I.26 pour deux mélanges. La présence de stéarate de zinc dans le mélange B augmente la vitesse de glissement et l'influence de ce lubrifiant diminue avec la contrainte. La variation de la vitesse de glissement en fonction de la contrainte peut être représentée par une loi puissance.

Il est important de noter que Geiger n'a utilisé que deux épaisseurs de filière, ce qui est insuffisant pour vérifier la loi exponentielle proposée. De plus, aucune justification n'est donnée quant à l'utilisation d'une fonction exponentielle...

En fait, la méthode n'est pas basée sur des considérations physiques, mais elle permet par l'utilisation d'une fonction exponentielle toujours positive, de ne calculer que des vitesses de glissement physiquement correctes. De plus, elle peut permettre dans le cas d'un mauvais alignement des points avec la méthode de Mooney, d'avoir de meilleurs résultats. Cependant, on comprend bien que, si les points étaient déjà correctement alignés par ma méthode de Mooney, l'obtention de moins bonnes régressions est à prévoir avec la méthode de Geiger (Figure I.25).

II.2.3.4. La méthode de Mourniac

Mourniac [68] a appliqué la méthode de Mooney sur des résultats en filière plate. Il utilise trois filières d'épaisseurs différentes mais ayant le même rapport L/e . En effectuant le dépouillement classique, il trouve que les ordonnées à l'origine sont toutes négatives (Figure I.27).

Il effectue alors un nouveau dépouillement de ses résultats. Il suppose comme Mooney que le débit total est la somme de deux débits, et, en calculant analytiquement le débit lié au cisaillement, il détermine Q_g par différence :

$$Q_g = Q - Q_c \quad \text{Equation I.36}$$

En rhéométrie capillaire, par exemple, la vitesse de glissement est obtenue directement par :

$$V_g = \frac{Q - Q_c}{\pi \cdot R^2} \quad \text{Equation I.37}$$

Pour pouvoir calculer Q_c , il faut connaître la viscosité du mélange sans glissement à la paroi. Pour cela, Mourniac effectue des mesures à l'aide d'un viscosimètre à rotor bi-conique rainuré. Pour s'assurer de la validité de la viscosité ainsi déterminée, il effectue des mesures de rhéométrie en filières plates construites en résine époxyde. La courbe maîtresse obtenue indique l'absence de glissement et en comparant les courbes de viscosité obtenues à l'aide de ces deux appareils pour le même mélange et la même température, il obtient une bonne corrélation.

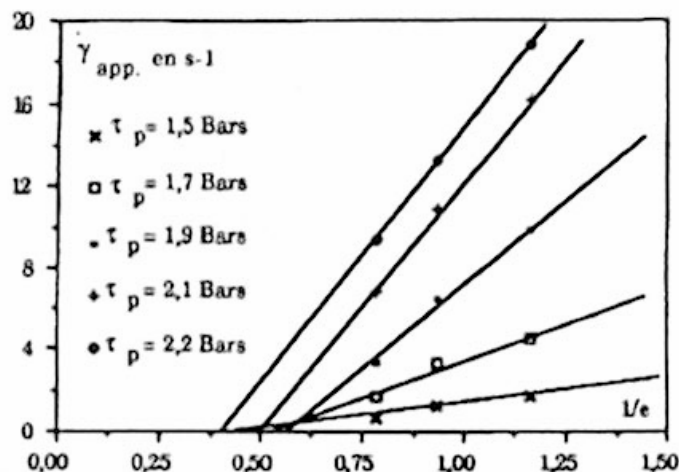


Figure I.27 : Dépouillement de Mooney, [68]

En supposant que le matériau suit une loi puissance, le débit de cisaillement s'écrit :

$$Q_c = \pi \frac{m}{3m+1} \left(\frac{\Delta P}{2KL} \right)^{1/m} R^{3+1/m} \quad \text{Equation I.38}$$

Soit :

$$V_g = R \left(\frac{m_{\text{exp}}}{3m_{\text{exp}}+1} \left(\frac{\tau_p}{K_{\text{exp}}} \right)^{1/m_{\text{exp}}} - \frac{m}{3m+1} \left(\frac{\tau_p}{K} \right)^{1/m} \right) \quad \text{Equation I.39}$$

K_{exp} et m_{exp} sont la consistance et l'indice d'écoulement apparent obtenus avec un dépouillement classique.

Il est alors possible de déterminer le comportement réel du matériau en calculant le taux de cisaillement corrigé par :

$$\dot{\gamma}_{sg} = \frac{3}{4} \dot{\gamma}_{app} \left(1 + \frac{1}{3} \frac{d \log \dot{\gamma}_{app}}{d \log \tau_p} \right) - \frac{3V_g}{R} \left(1 + \frac{1}{3} \frac{d \log V_g}{d \log \tau_p} \right) \quad \text{Equation I.40}$$

Par cette quantification, Mourniac montre que la vitesse de glissement est toujours inférieure à la vitesse moyenne de l'écoulement et que, dans ce cas, le débit de glissement représente plus de 40% du débit total.

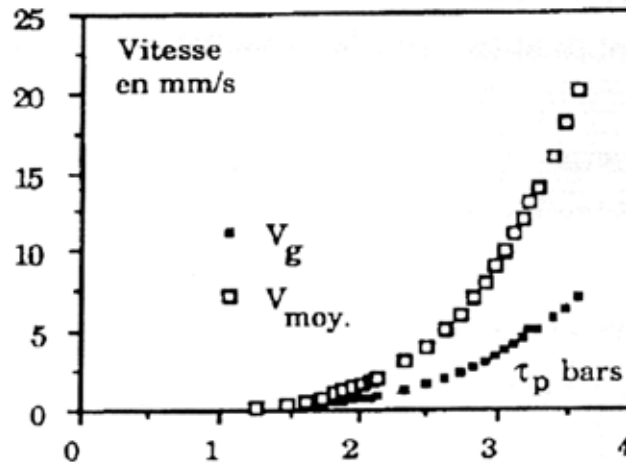


Figure I.28 : Vitesse de glissement, d'après Mourniac [68]

La difficulté de cette méthode est d'obtenir une mesure correcte du débit sans glissement. Pour cela, Dobbie et al. [19] prennent une filière de diamètre important dans laquelle le glissement est minimum. En fait, ils supposent ainsi limiter très fortement les effets aux parois vis à vis de l'écoulement global.

II.2.3.5. Méthode inverse

Tous les auteurs précédents déduisent un comportement rhéologique en volume et une loi de glissement à la paroi à partir des courbes expérimentales.

Quelques auteurs [58], [9] ont mentionné dans leurs études la disparition du glissement lorsque la contrainte de cisaillement devient trop importante. Ils obtiennent alors une superposition des courbes de contraintes pour des taux de cisaillement élevés (Figure I.29).

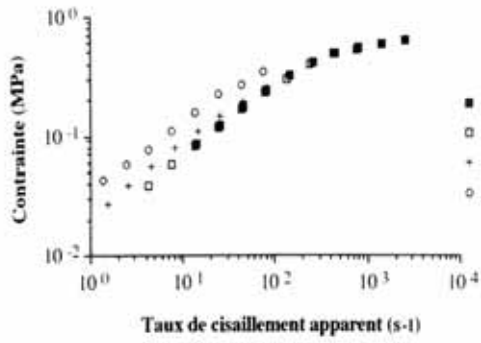


Figure I.29 : Courbes d'écoulement pour une formulation PVC [30]

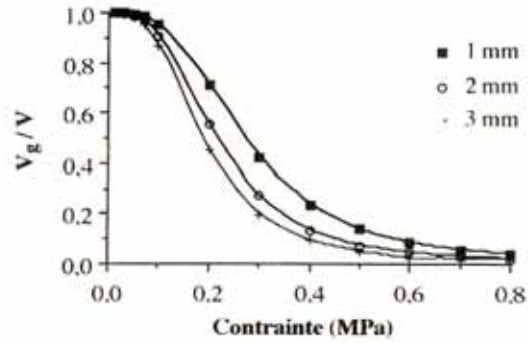


Figure I.30 : Evolution du rapport entre vitesse de glissement et vitesse moyenne d'écoulement, [30]

Gobeau [30] montre dans ce cas que la méthode de dépouillement de Mooney aboutirait à un résultat paradoxal : la vitesse de glissement s'annulerait à forte contrainte. Il propose donc une démarche inverse, en postulant une loi de glissement et une loi de comportement et en ajustant ensuite les paramètres pour superposer les courbes théoriques et expérimentales :

- la loi de comportement est une loi puissance :

$$\tau_p = K \dot{\gamma}_{a,sg}^m \quad \text{Equation I.41}$$

- la loi de glissement est de type Norton – Hoff :

$$\tau_p = \alpha \cdot k \cdot V_g^p \quad \text{Equation I.42}$$

Le taux de cisaillement a la forme suivante :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Qc}{\pi \cdot R^3} + \frac{4Vg}{R} \quad \text{Equation I.43}$$

avec

$$\frac{4Qc}{\pi \cdot R^3} = \left(\frac{\tau_p}{K} \right)^{1/m} \quad \text{Equation I.44}$$

et

$$\frac{4Vg}{R} = \frac{4}{R} \cdot \left(\frac{\tau_p}{\alpha K} \right)^{1/p} \quad \text{Equation I.45}$$

Ainsi

$$\dot{\gamma}_{app} = \left(\frac{\tau_p}{K} \right)^{1/m} + \frac{4}{R} \cdot \left(\frac{\tau_p}{\alpha K} \right)^{1/p} \quad \text{Equation I.46}$$

Avec cette démarche, Gobeau montre que la vitesse de glissement augmente avec la contrainte de cisaillement et trouve l'explication du paradoxe mettant en défaut la méthode de Mooney en traçant l'évolution théorique du rapport entre la vitesse de glissement et la vitesse moyenne de l'écoulement. Ce rapport varie en fonction de la contrainte de cisaillement (Figure I.30).

$$\frac{V_g}{\bar{V}} = \frac{\left(\frac{\tau_p}{\alpha K}\right)^{1/p}}{\left(\frac{\tau_p}{\alpha K}\right)^{1/p} + \left(\frac{R}{4}\right)\left(\frac{\tau_p}{K}\right)^{1/m}} = \frac{1}{1 + \left(\frac{R}{4}\right)\alpha^{1/p}\left(\frac{\tau_p}{K}\right)^{1/m - 1/p}} \quad \text{Equation I.47}$$

La vitesse de glissement prédomine aux faibles contraintes de cisaillement. Par contre aux fortes contraintes, la vitesse de glissement, bien qu'elle atteigne ses valeurs maximales, devient négligeable par rapport à la vitesse moyenne d'écoulement. A partir de ce modèle, on peut distinguer deux zones d'écoulement :

-à faible taux de cisaillement (faible contrainte), le débit de cisaillement est négligeable devant le débit de glissement :

$$\dot{\gamma}_{app} \approx \frac{4}{R} \left(\frac{\tau_p}{\alpha k}\right)^{1/p} \quad \text{Equation I.48}$$

-à fort taux de cisaillement, on a :

$$\dot{\gamma}_{app} \approx \left(\frac{\tau_p}{K}\right)^{1/m} \quad \text{Equation I.49}$$

L'écoulement dû au glissement est alors masqué par l'importance de l'écoulement dû au cisaillement (Figure I.31).

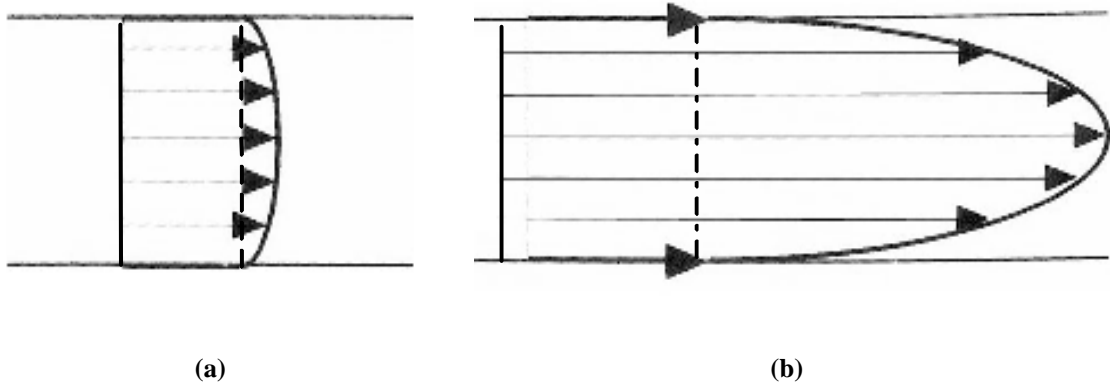


Figure I.31 : Profil de vitesse à faible (a) et à fort (b) gradient de cisaillement, [30]

Les paramètres m et K sont déterminés graphiquement avec les courbes d'écoulement lorsque le cisaillement est important et les paramètres p et α sont ajustés par une méthode des moindres carrés. Ils sont fonction du diamètre, si bien que :

$$V_g = f(\tau_p, \Phi) \quad \text{Equation I.50}$$

où Φ représente la dimension géométrique.

Dimier et al. [18] utilisent le même raisonnement pour un mélange de caoutchouc naturel.

II.2.4. Interprétation du glissement

Les techniques mises en œuvre précédemment, tant au niveau qualitatif que quantitatif, ne permettent pas d'expliquer comment le phénomène de glissement à la paroi est généré. Différents auteurs ont tenté d'interpréter ce phénomène.

Pour des polymères chargés, le mécanisme de glissement s'apparente à un glissement réel. Les explications concernant ce mécanisme sont controversées. Joshi et al. [35] résument la situation. Lorsque l'énergie de surface du matériau de paroi est faible, le mécanisme de glissement apparaît par rupture des liaisons liant les chaînes macromoléculaires avec la paroi sous l'effet de cisaillement. Par contre, quand l'énergie de surface est élevée, il s'agit d'une rupture cohésive par désenchevêtrement entre les chaînes adsorbées à la paroi et les chaînes non liées.

Pour les suspensions concentrées ou les élastomères chargés, le glissement à la paroi est assimilé à un glissement apparent. Ceci se traduit par la formation d'une fine couche de fluide lubrifiant à la paroi.

❖ Turner et Moore [84] supposent l'existence d'une couche lubrificatrice entre le rotor et le matériau dans le cas d'un viscosimètre rotationnel. La présence de cette couche de lubrifiant à la paroi est due pour les auteurs à la présence dans le mélange de certains ingrédients. Ils ne se prononcent pas plus sur la nature de ces ingrédients.

❖ Ulhand [86] étudie le phénomène en filière cylindrique et distingue deux schémas de glissement, (Figure I.32):

Cas (a), le glissement serait dû à une fine couche en paroi de viscosité η_1 nettement inférieure à la viscosité η_2 du polymère à cœur. Cas (b), le polymère frotte directement sur la paroi.

Notons que dans le cas où il existerait deux couches de viscosité différentes η_1 et η_2 , il est difficile de connaître la valeur de la viscosité de la couche en paroi ainsi que son épaisseur. Cette hypothèse est donc difficile à mettre en œuvre dans le dépouillement de données expérimentales.

Cette couche est due à une migration des produits de faible viscosité vers les zones à forts gradients. La couche en paroi étant plus fluide, l'énergie dissipée au cours de son cisaillement est moins importante. La couche centrale de viscosité plus élevée n'est pas sollicitée dans la masse et se déplace comme un bouchon.

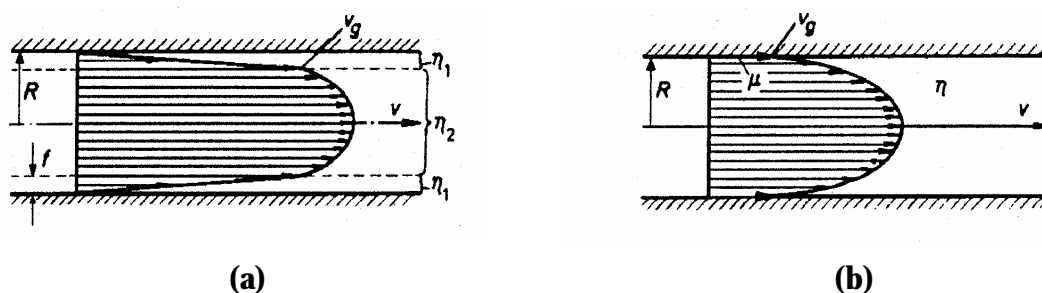


Figure I.32 : Interprétation du glissement selon Ulhand [86]

❖ Wiegreffe [89] associe ce phénomène de glissement à la présence d'une fine couche de stéarate de zinc en paroi de capillaire, qui joue le rôle de lubrifiant externe. Pour cela, il compare les spectres IR obtenus au cœur et à la paroi d'un jonc extrudé au rhéomètre. Le mélange est à base d'EPDM contenant 4% de stéarate de zinc. La Figure I.33 montre que la concentration de

stéarate de zinc en paroi est supérieure à celle contenue au cœur, ce qui prouve bien que le stéarate de zinc exsude à la paroi de l'outil et favorise le glissement.

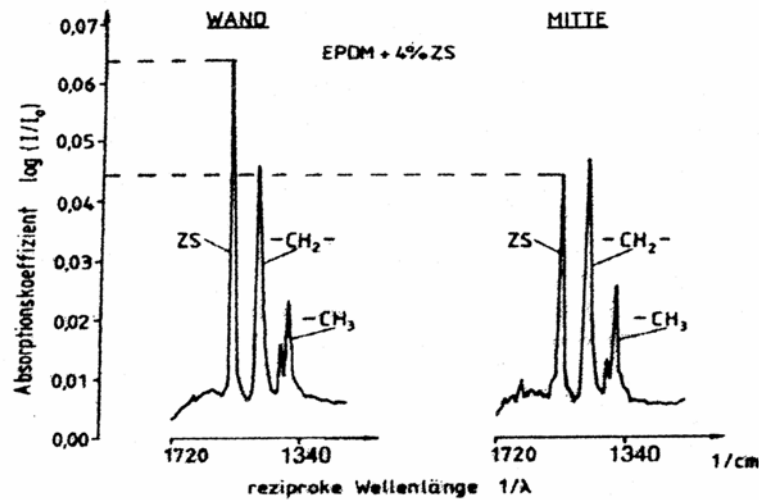


Figure I.33 : Comparaison des spectres IR du mélange d'EPDM contenant 4% de stéarate de zinc au cœur et à la paroi d'un jonc extrudé [89]

Mezry [58] confirme ces résultats. Pour lui, l'ajout de stéarate de zinc augmente le glissement. L'effet est plus important à basse vitesse de cisaillement qu'à vitesse élevée. Il montre par microscopie électronique à balayage et spectrométrie infrarouge que la quantité de stéarate de zinc se trouvant à la surface de l'extrudat diminue avec la vitesse de cisaillement, ce qui est en accord avec la migration de ce produit lors de l'écoulement. En effet, à grand débit, le temps de séjour du mélange dans la filière est plus court, diminuant ainsi la migration des ingrédients incompatibles avec la gomme.

❖ Geiger [29] observe expérimentalement une contrainte de cisaillement limite qui permet une séparation entre les effets de glissement et d'écoulement pour les mélanges de caoutchouc (Figure I.34). Il explique ce phénomène par un modèle microstructural (Figure I.35) :

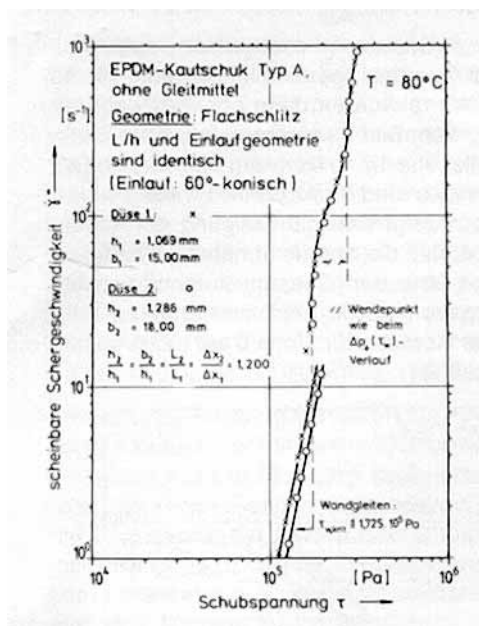


Figure I.34 : Courbe de cisaillement en fonction de la contrainte [29]

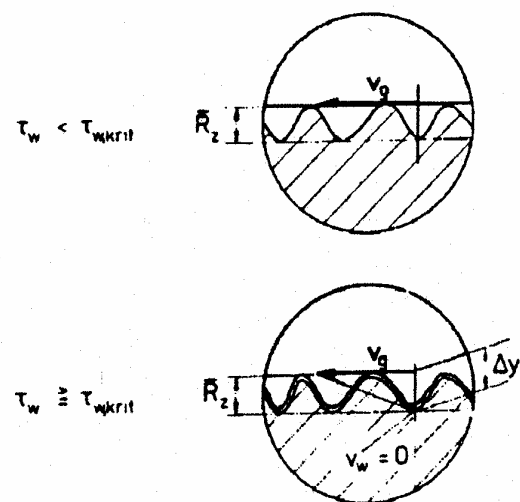


Figure I.35 : Mécanisme du glissement proposé par Geiger [29]

Pour des contraintes de cisaillement inférieures à la contrainte critique, le produit glisse ou frotte sur les aspérités de la filière sans que le mélange pénètre dans celles-ci.

Au dessus de la contrainte critique, le seuil d'écoulement est atteint, le caoutchouc remplit les aspérités de la surface et le cisaillement apparaît à l'interface. Le matériau adhère à la paroi, l'effet de lubrification est totalement neutralisé et il n'y a plus de glissement. Néanmoins, cette théorie paraît contestable compte tenu du fait que la vitesse de glissement à la paroi augmente avec la contrainte de cisaillement [88].

❖ On retrouve le même type de raisonnement dans l'étude de Jepsen et Rabiger [33] sur un EPDM, mais cette fois les auteurs se basent sur les niveaux de pression et non plus sur la contrainte de cisaillement. Ainsi, aux faibles pressions, le matériau se comporte comme un solide, alors qu'il se comporte comme un liquide aux pressions élevées. La Figure I.36 montre que l'aire de contact "A" entre le matériau et la surface du capillaire augmente avec la pression. Aux faibles pressions P_I , il y a écoulement bouchon quelle que soit la longueur du capillaire. Pour des pressions élevées P_{III} , il y a deux écoulements : un écoulement de cisaillement et un autre de glissement. Pour des pressions intermédiaires P_{II} , l'écoulement bouchon est observé uniquement à la sortie du capillaire.

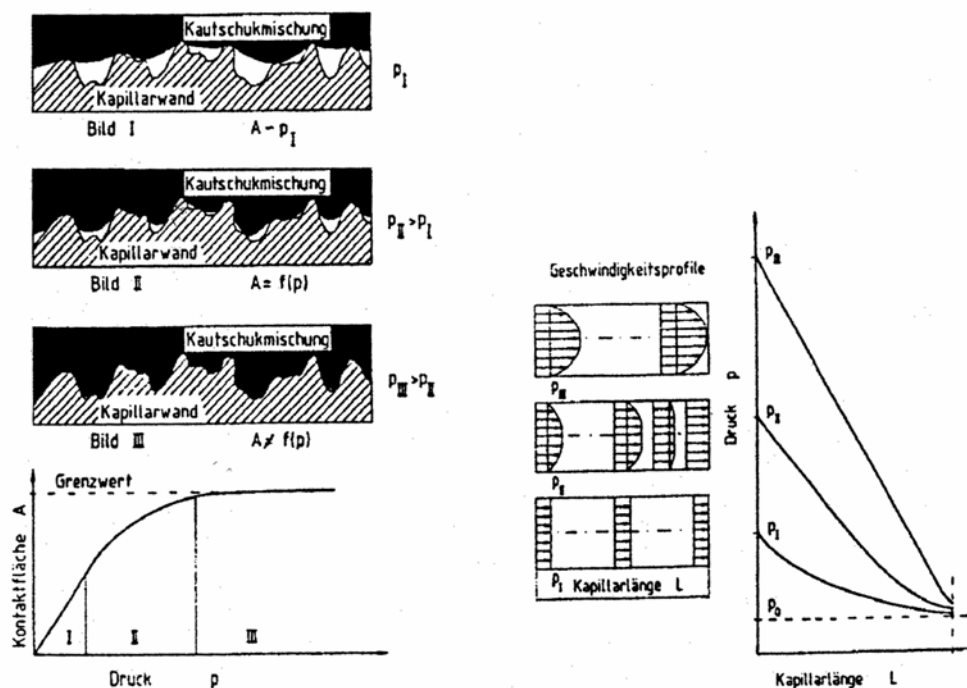


Figure I.36 : Interprétation du glissement selon Jepsen et Rabiger [33]

Les auteurs mentionnent que le noir de carbone augmente l'effet du glissement alors que des huiles naphthéniques ou de paraffines ont tendance à le faire diminuer.

❖ Leblanc [48] [49] explique le phénomène de glissement à la paroi par l'existence d'un écoulement complexe d'entités qui entrent en frottement non seulement les unes contre les autres mais aussi à la paroi des outillages (Figure I.37). En supposant que les agrégats de charge ont une forme sphérique de diamètre 100 nm et que le caoutchouc lié à la charge a une épaisseur de l'ordre de 3 à 6 nm, une couche immobilisée à la paroi est difficilement concevable. Une vitesse de glissement nulle en paroi apparaît donc comme impossible pour de tels matériaux.

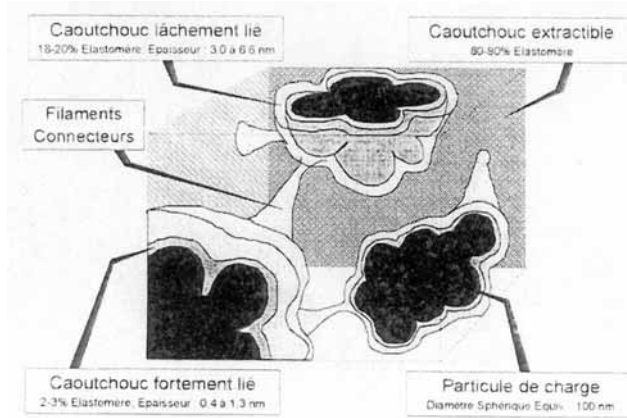


Figure I.37 : Interprétation du glissement à la paroi selon Leblanc [49]

❖ Boube et al. [9] ont caractérisé par rhéométrie capillaire des mélanges d'EPDM. Les courbes d'écoulement obtenues à 100°C sont présentées à la Figure I.38. Aux faibles taux de cisaillement, les trois courbes, pour trois diamètres différents, sont distinctes. A partir d'une certaine valeur de taux de cisaillement propre à chaque diamètre de filière, un changement de régime survient et est caractérisé par des instabilités d'écoulement qui se traduisent par des oscillations régulières de pression. Les auteurs définissent alors un seuil, au-delà duquel les courbes d'écoulement se superposent relativement bien, notamment à partir de 1000s⁻¹.

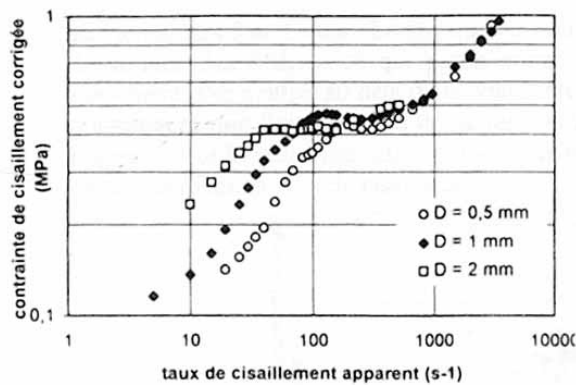


Figure I.38 : Contrainte de cisaillement corrigée en fonction du taux de cisaillement apparent, Mélange d'EPDM à 100°C [9]

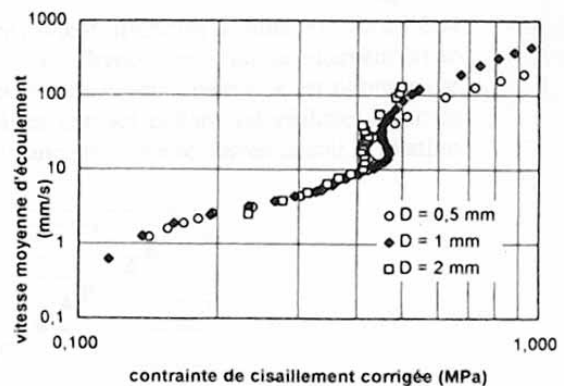


Figure I.39 : Vitesse moyenne d'écoulement en fonction de la contrainte de cisaillement corrigée, Mélange d'EPDM à 100°C [9]

Le tracé de la vitesse moyenne dans les capillaires en fonction de la contrainte de cisaillement corrigée (Figure I.39) fait apparaître une courbe maîtresse pour les valeurs de contraintes inférieures au seuil. De plus, la comparaison des vitesses de glissement établies par l'intermédiaire de la méthode de Mooney, et des vitesses moyennes d'écoulement ne montre pas de différence.

Ils en concluent donc que l'écoulement se fait uniquement par glissement. Le régime d'écoulement avant le seuil est un écoulement bouchon, où le mélange se comporte comme un solide glissant sur les parois de l'outillage.

En revanche au delà du seuil de contrainte, l'unicité des courbes de la Figure I.38 conduit les auteurs à faire l'hypothèse d'un écoulement avec contact collant. Ils envisagent alors de modéliser le comportement du mélange par l'utilisation d'une loi à seuil, de type Hershel Bulkley, et d'introduire une loi de glissement pour prendre en compte le régime d'écoulement correspondant aux valeurs de contraintes inférieures à celle du seuil.

Comme nous allons le montrer par la suite, une telle analyse est erronée. Le glissement ne s'annule pas au delà du seuil, il est au contraire encore plus important.

D'autres auteurs [13] [58] [53] interprètent de la même manière leurs résultats en introduisant un glissement de fluide à seuil.

❖ C'est notamment le cas de Mezry [58]. A partir de résultats obtenus sur un mélange EPDM également, à 100 °C (Figure I.40), il postule que pour une faible contrainte à la paroi, la vitesse moyenne est indépendante du diamètre, et qu'elle est égale à la vitesse de glissement. A contrainte élevée, la relation entre contrainte et taux de cisaillement devient indépendante du diamètre et le contact est collant. L'auteur évoque ici quand même la possibilité qu'il y ait une domination de la composante du cisaillement sur celle du glissement à forte contrainte.

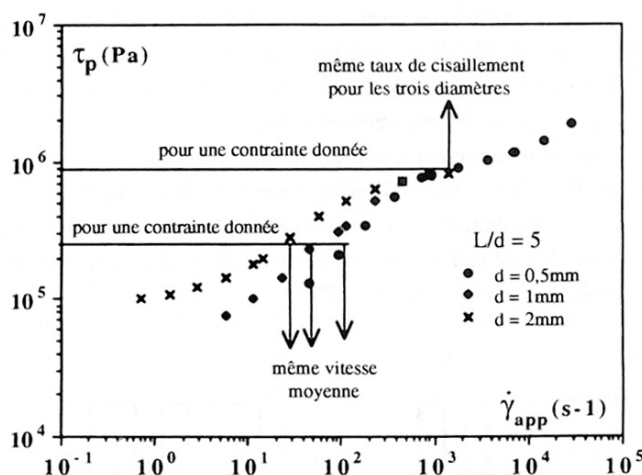


Figure I.40 : Contraintes de cisaillement corrigée en fonction du taux de cisaillement apparent, Mélange d'EPDM à 100°C [58].

❖ Vergnes et al [88] et d'Halewyn [31], montrent (Figure I.41) des courbes d'écoulement distinctes. Ils définissent deux zones, branche I et branche II, séparées par un plateau où des oscillations de pressions sont rapportées. Ils dépouillent chacune des branches séparément, et mettent en évidence divers points :

Les vitesses de glissement obtenues dans la zone 1 sont relativement faibles et dépendent fortement du diamètre du capillaire. Un saut dans la vitesse de glissement est observé lorsque l'on passe de la zone 1 à la zone 2. La vitesse de glissement devient alors très élevée mais sa dépendance avec la géométrie est négligeable. Les auteurs indiquent que la zone présentant des instabilités d'écoulement peut être interprétée comme une zone de transition entre deux régimes de glissement différents. Cette interprétation est en contradiction avec les hypothèses précédentes.

Enfin Gobeau [30] sur des mélanges de PVC et Dimier et al. [18] sur un mélange de caoutchouc naturel montrent comment l'obtention de courbes de contrainte en fonction du cisaillement distinctes à faible cisaillement et superposées à fort cisaillement peut correspondre à un glissement sans cesse croissant avec le cisaillement. Nous décrirons dans un paragraphe ultérieur le principe de raisonnement qui aboutit à dire :

-aux faibles contraintes de cisaillement, l'écoulement dû au cisaillement est faible par rapport à l'écoulement dû au glissement.

-aux fortes contraintes de cisaillement, l'écoulement dû au cisaillement est beaucoup plus important que l'écoulement dû au glissement, bien que celui-ci ait augmenté par rapport aux faibles contraintes.

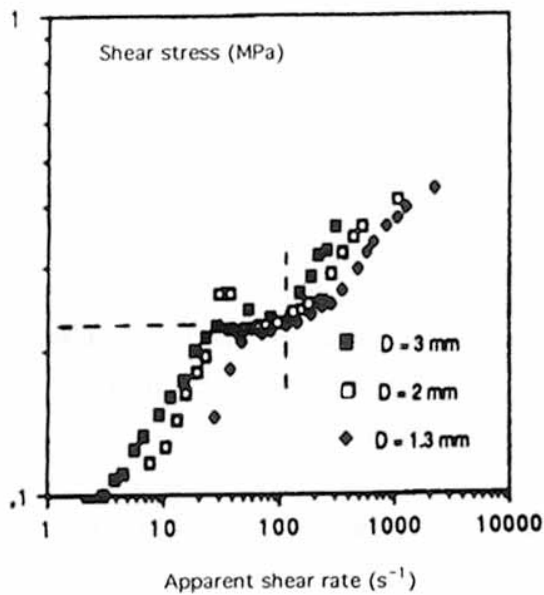


Figure I.41 : Contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, Mélange d'EPDM à 100°C [88]

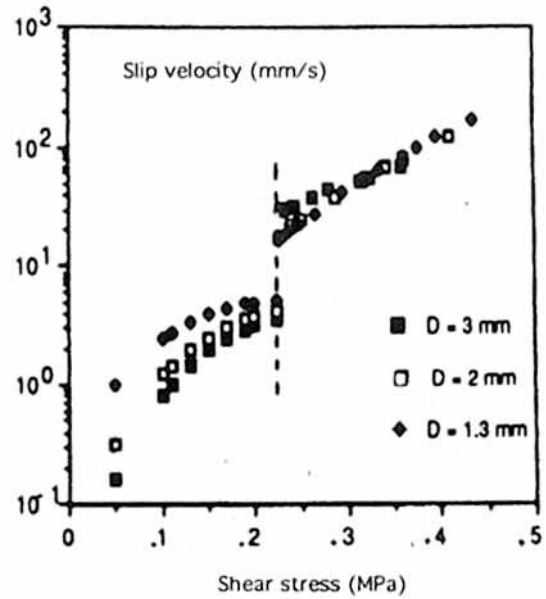


Figure I.42 : Vitesse moyenne d'écoulement en fonction de la contrainte de cisaillement, Mélange d'EPDM à 100°C [88]

II.3. Conclusion

Un certain nombre de travaux montrent la difficulté de caractériser de façon précise les mélanges à base d'élastomère, en particulier en raison des phénomènes de glissement à la paroi.

Les approches envisagées pour appréhender le phénomène de glissement diffèrent considérablement selon les auteurs. Sa caractérisation est toujours très controversée, les désaccords concernant principalement la façon de mesurer le glissement, les conditions d'apparition du glissement et l'influence de la pression. Tous les auteurs sont en revanche d'accord sur l'influence de la température et des charges.

De très nombreux auteurs ont utilisé la méthode de dépouillement proposée par Mooney en 1931. Elle suppose que la vitesse de glissement dépend uniquement de la contrainte de cisaillement à la paroi. Elle est donc en particulier indépendante de la géométrie considérée. Cependant, même si ce type de dépouillement fonctionne parfois, un certain nombre d'auteurs l'ont remis en cause car ils obtenaient des résultats physiquement inacceptables. D'autres types de dépouillement sont alors proposés où la vitesse de glissement dépend non seulement de la contrainte, mais aussi de la géométrie.

III. Etude expérimentale : Caractérisation rhéologique des mélanges d'élastomères

III.1. Introduction

Dans cette partie, nous allons nous intéresser exclusivement aux mesures rhéologiques sur les deux mélanges d'élastomères (EPDM) utilisés dans le cadre de ce travail. Nous utiliserons la rhéométrie capillaire, pour une grande partie, mais aussi la rhéométrie plan-plan dynamique et le viscosimètre de Mooney.

La spécificité de cette étude réside dans le fait que nous allons caractériser deux mélanges, A et B, provenant du même mélange maître. En effet, après avoir caractérisé le mélange A, nous le rendrons glissant par l'ajout de stéarate de zinc (mélange B), sans rien changer d'autre à la formule initiale. Nous tenterons d'établir des lois de glissement, comme nous venons de le voir dans la partie bibliographique.

III.2. Caractérisation rhéologique du mélange A

III.2.1. Le Mélange

Une formulation de mélange a été réalisée pour cette étude afin d'avoir une matière à faible viscosité de manière à ce qu'elle soit extrudable facilement. Le mélange est clair pour des raisons de commodité de l'étude de l'écoulement, des charges comme la craie ou le kaolin sont introduites en lieu et place du noir de carbone. La composition est présentée dans le Tableau I.1. Les quantités d'additifs sont exprimées en parts massiques pour cent parts d'élastomère de base : l'EPDM.

Tableau I.1 : Formulation du mélange A

Mélange (part)		Produit
100	EDPM	Vistalon 8600
40	Kaolin	Polestar 200R
30	Craie	Craie BSH
50	Talc	Mistronvapor RP6
60	Huile paraffinique	Plaxene 6110
5	Activateur de vulcanisation	ZnO actif
1	Activateur de vulcanisation	Acide Stéarique
5	Blanchisseur	TiO ₂ Anatase
2	Anti humidité	Calsec GRP

Les mesures rhéologiques seront effectuées sur des mélanges ne contenant pas les ingrédients utiles à la réaction de vulcanisation. Ce sont donc des mélanges non accélérés. Les quelques parts que nous retirerons au mélange ne devraient pas altérer son comportement. Cette précaution est prise afin d'éviter tout début de vulcanisation qui fausserait la qualité des mesures.

III.2.2. Le viscosimètre de Mooney

III.2.2.1. Principe

Le premier rhéomètre utilisé pour la caractérisation de mélanges d'élastomères fut développé par Mooney [63], [64]. L'échantillon est introduit dans une chambre cylindrique, chauffée, dans laquelle un rotor tourne de façon continue à 2 tr/min (Figure I.43). Le couple résistant exercé par l'échantillon sur le rotor est mesuré. Les parois de la chambre et du rotor sont striées de façon à limiter un éventuel glissement en paroi. Ce rhéomètre demeure très utilisé dans l'industrie du caoutchouc, comme instrument de contrôle rapide de la consistance d'un mélange.

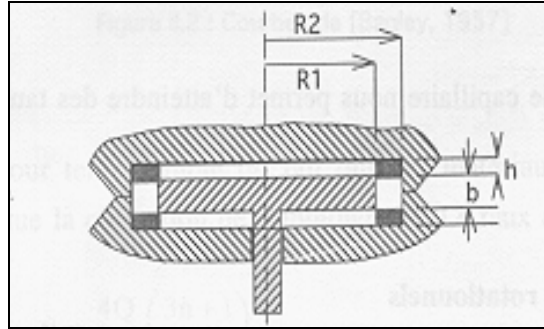


Figure I.43 : Viscosimètre à disque de Mooney, $b=5.54.10^{-3}\text{m}$, $h=2.525.10^{-3}\text{m}$, $R_1=19.05.10^{-3}\text{m}$, $R_2=25.465.10^{-3}\text{m}$

III.2.2.2. Mesures

Nous avons effectué une mesure de viscosité sur le mélange cru avec un appareil Mooney MV 200E (Figure I.44).



Figure I.44 : Viscosimètre Mooney MV 200E et son rotor strié

La consistance Mooney est proportionnelle à la valeur du couple exercé par l'élastomère sur le rotor. La géométrie de l'appareillage est telle que 1 point MOONEY = $8,3.10^{-2}\text{ N.m}$.

Les variables sont les dimensions du rotor (grand "L" ou petit "S"), la température d'essai, le temps de préchauffage et le temps au bout duquel on lit la valeur du couple. C'est ainsi que la terminologie ML(1+4) à 100°C signifie que la consistance Mooney (M) a été déterminée à 100°C au bout de 4 minutes en utilisant le grand rotor (L) et après 1 minute de préchauffage.

En général la consistance Mooney des caoutchoucs est comprise entre 20 et 80 MU, mais peut atteindre 200MU. On parle en général de faible viscosité pour des Mooney inférieures à 20 MU. La viscosité de notre mélange est de 40.3 MU (Figure I.45).

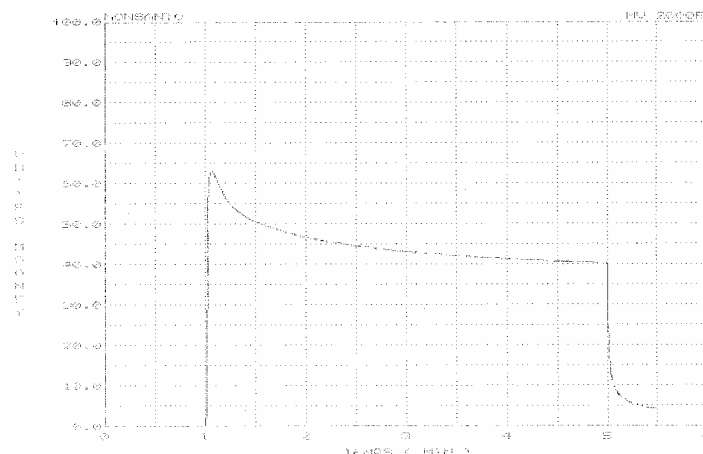


Figure I.45 : Courbe obtenue à l'aide du rhéomètre (ou consistomètre) Mooney, ML(1+4) à 100°C pour le mélange d'EPDM A

III.2.3. La rhéométrie plan-plan dynamique

III.2.3.1. Principe

Le but de cette manipulation est d'étudier le comportement viscoélastique des mélanges en petites déformations. Cette méthode permet également de mesurer plus précisément la thermodépendance du comportement.

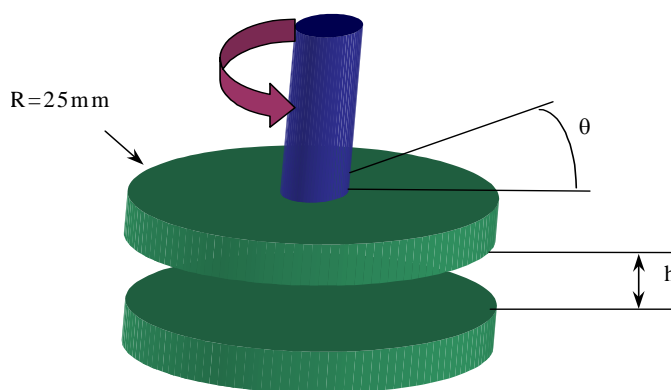


Figure I.46 : Schéma du rhéomètre Stress-tech

Nous avons utilisé le rhéomètre Stress-tech (Figure I.46) avec des outils plan-plan en mode oscillatoire. On impose au plan supérieur un mouvement sinusoïdal de pulsation ω et d'amplitude :

$$\varepsilon_0 = \frac{\theta R}{h} \quad \text{Equation I.51}$$

On mesure le couple C_0 , et le déphasage φ , d'où l'on peut déduire les composantes visqueuses et élastiques du module complexe G^* et de la viscosité complexe η^* .

En régime dynamique, la contrainte et la déformation ont les expressions suivantes, ω étant la fréquence :

$$\begin{aligned}\sigma^* &= \sigma_m \times e^{i\omega t} \\ \varepsilon^* &= \varepsilon_m \times e^{i(\omega t + \delta)}\end{aligned}$$

Equation I.52

Le module de cisaillement G devient :

$$G^* = \frac{\sigma^*}{\varepsilon^*} = G' + i G'' \quad \text{avec : le module élastique } G' = \frac{\sigma_m}{\varepsilon_m} \times \cos \delta$$

$$\text{le module visqueux } G'' = \frac{\sigma_m}{\varepsilon_m} \times \sin \delta \quad \text{Equation I.53}$$

δ est l'angle de déphasage (0 pour un matériau élastique, $\pi/2$ pour un matériau visqueux).

La viscosité complexe s'écrit :

$$\eta^* = \eta' - i \eta'' \quad \text{avec : la composante visqueuse } \eta' = G''/\Omega$$

$$\text{la composante élastique } \eta'' = G'/\Omega \quad \text{Equation I.54}$$

III.2.3.2. Mesures

La Figure I.47, qui présente l'évolution de G' et G'' avec la fréquence pour différentes valeurs de force imposée sur le plateau supérieur à une température de 80°C , permet de faire quelques remarques d'ordre général :

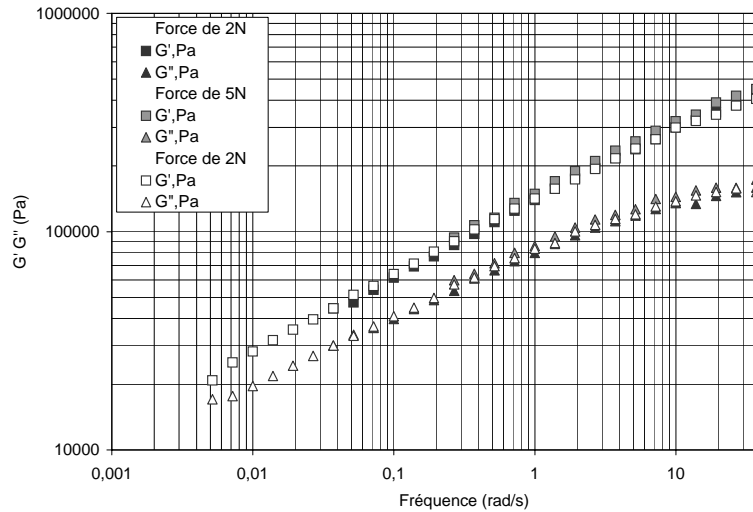


Figure I.47 : Evolution de G' et G'' avec la fréquence pour différentes valeurs de force, essai réalisé à 80°C pour le mélange d'EPDM A

Les courbes des trois essais sont parfaitement superposées, on en conclura donc une bonne reproductibilité des essais et une non dépendance de la force appliquée.

Les courbes représentant le module élastique sont toujours au-dessus de celles représentant le module visqueux. Le matériau a donc un comportement élastique dominant dans toute la gamme de fréquence étudiée. De plus, les courbes représentant le déphasage sont relativement plates et proches de zéro (Figure I.48).

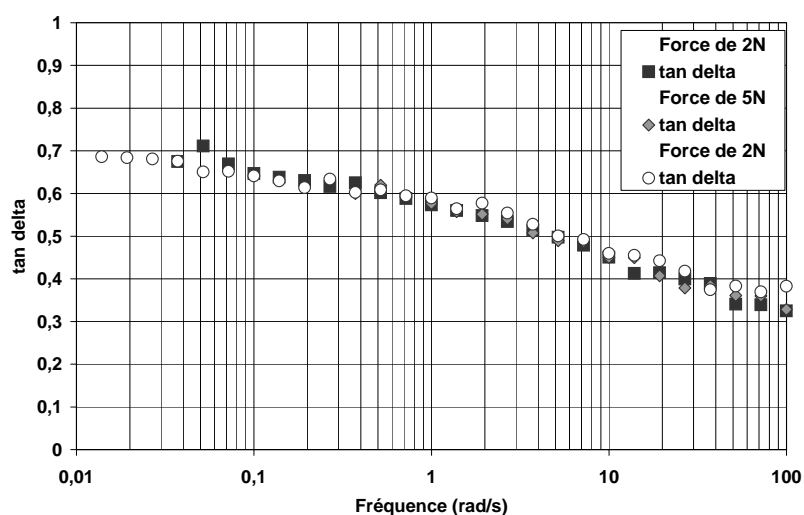


Figure I.48 : Evolution du déphasage de la fréquence pour différentes valeurs de force, essai réalisé à 80° C pour le mélange d'EPDM A

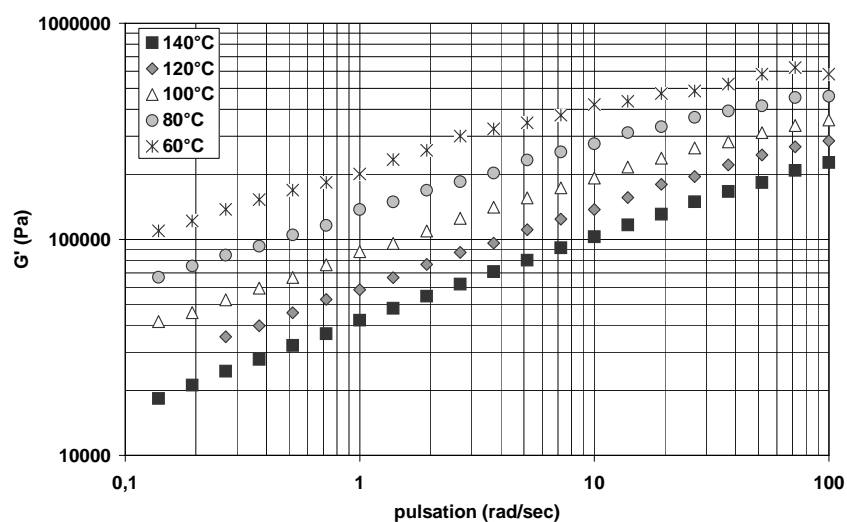


Figure I.49 : Evolution de G' avec la fréquence pour différentes températures pour le mélange d'EPDM A

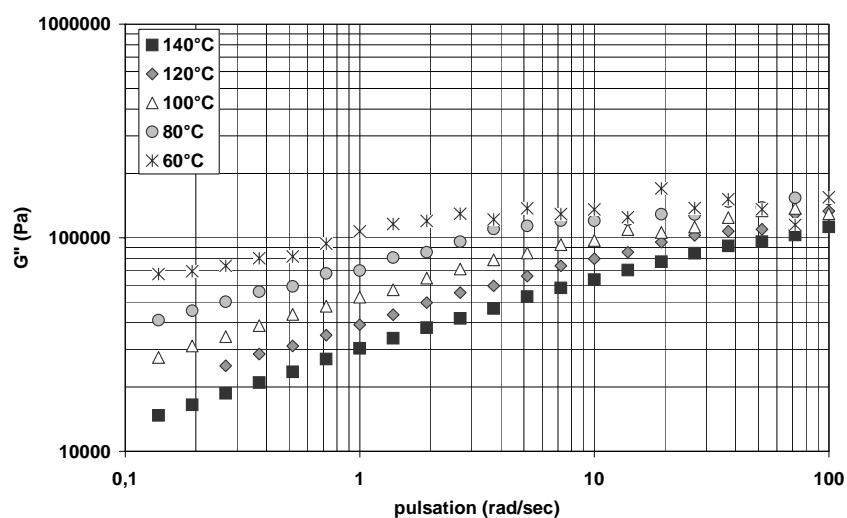


Figure I.50 : Evolution de G'' avec la fréquence pour différentes températures pour le mélange d'EPDM A

La Figure I.49 représente l'évolution de G' avec la fréquence pour différentes valeurs de la température, la Figure I.50 celle de G'' . On s'aperçoit nettement que les valeurs de module diminuent avec l'élévation de la température.

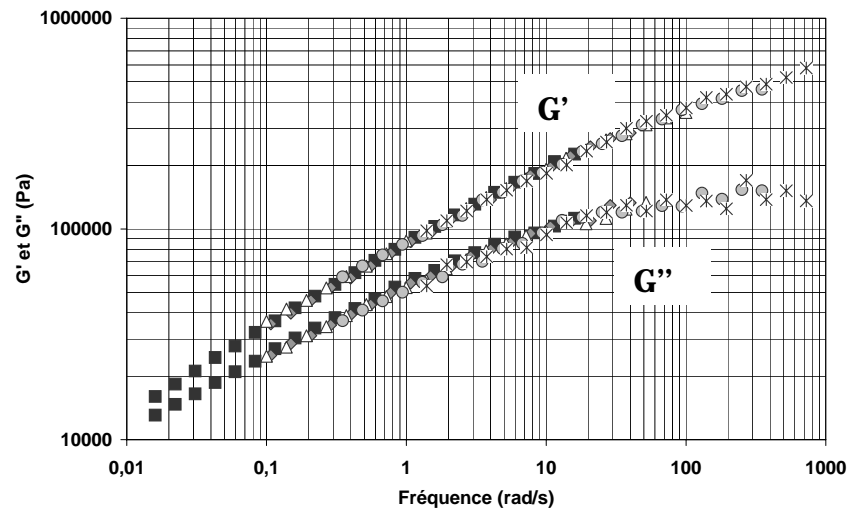


Figure I.51 : Courbe Maître, superposition temps/température pour G' et G'' à 80°C pour le mélange d'EPDM A

La Figure I.51 est réalisée par le glissement des courbes de G' et G'' le long de l'axe des fréquences pour les différentes températures de 60, 80, 100, 120 et 140. Elle permet de mettre en évidence le principe de superposition temps/température. Les courbes ainsi obtenues sont appelées courbes maîtresses. Le facteur de glissement a_T spécifique à chaque température est reporté dans le Tableau I.2.

Tableau I.2 : Valeurs des coefficients de glissement a_T issues de la superposition temps/température pour le mélange d'EPDM A

Température	60	80	100	120	140
a_T	3.8	1	0.3	0.1	0.05

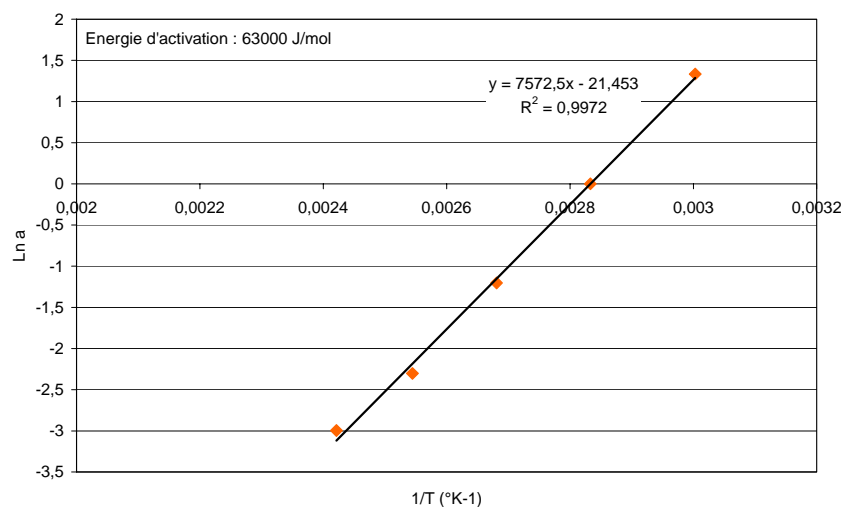


Figure I.52 : Représentation de $\ln(a_T)$ en fonction de $1/T$, pour le mélange d'EPDM A

a_T est généralement représentée par une loi de type Arrhenius.

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

Equation I.55

Lorsque l'on représente $\ln(a_T)$ en fonction de $1/T$, la pente du graphique nous donne la valeur de l'énergie d'activation (au coefficient R près).

On obtient ainsi la valeur $E/R \approx 7572$ K. La valeur correspondante de l'énergie d'activation est 63KJ/mol (R est la constante des gaz parfait égale à $8.32 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Nous comparerons ces valeurs à celles de la littérature ultérieurement.

III.2.4. Rhéométrie capillaire

Nous avons ensuite effectué des tests de rhéométrie capillaire afin de déterminer l'évolution de la viscosité du produit en grande déformation en fonction du taux de cisaillement et de la température.

Nous avons tenu de plus à nous assurer de la présence d'un éventuel glissement à la paroi. Enfin, nous avons évalué la thermodépendance en capillaire afin de la comparer à celle obtenue en rhéométrie plan plan.

Deux campagnes d'essais ont été menées, une au Centre de Recherche (CDR) d'Hutchinson, Montargis, l'autre dans les laboratoires du Cemef, Sophia-Antipolis. Les mesures effectuées sur deux rhéomètres différents donnent les mêmes résultats. Nous ne présenterons donc qu'une seule campagne d'essai dans ce document.

III.2.4.1. Le rhéomètre

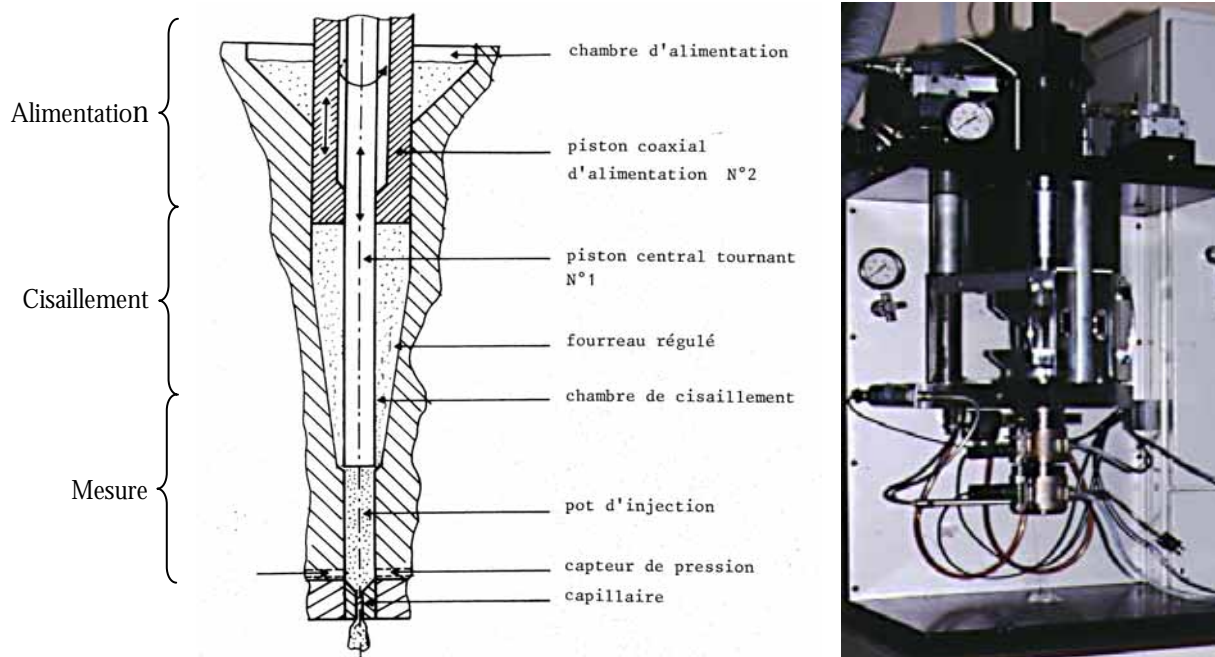


Figure I.53 : Le rhéomètre à précisaillement Rhéoplast

La caractérisation des produits a été effectuée à l'aide du rhéomètre à précisaillement Rhéoplast [90]. Le schéma de cet appareil, utilisé dans sa configuration conique, est représenté

sur la Figure I.53. On distingue trois zones : la zone d'alimentation, constituée d'un réservoir cylindrique surmonté d'une trémie, la zone de cisaillement, de géométrie conique, et la zone de mesure, à l'extrémité de laquelle peuvent être fixés des capillaires de différents diamètres et de différentes longueurs. La zone d'alimentation est refroidie par circulation d'eau afin de la maintenir à température ambiante, tandis que les zones de cisaillement et de mesure sont thermostatées par des colliers chauffants électriques. Par rapport aux rhéomètres capillaires classiques, le Rhéoplast permet de faire subir au matériau un traitement thermomécanique préalable, dont les paramètres peuvent être ajustés de façon à s'approcher au mieux des conditions usuelles de mise en œuvre.

Le principe de fonctionnement du Rhéoplast (Figure I.54), se divise en trois phases : dans une première phase, le piston annulaire est en position haute afin de permettre le remplissage de la zone d'alimentation et de la chambre conique.

La deuxième phase correspond à la descente du piston annulaire, qui coïncide avec la mise en rotation du piston central. Une ouverture d'épaisseur variable est ménagée entre la base du cône et l'extrémité du piston central, de façon à permettre le passage de matière dans la zone de mesure. Le mélange subit alors un écoulement tridimensionnel pouvant se décomposer en deux écoulements, l'un orthoradial généré par la rotation du piston central, et l'autre vertical en raison de la pression imposée par le piston annulaire. Sous les effets du cisaillement, qui croît lorsque l'on se rapproche de la base du cône, et de la température, le mélange se ramollit et s'écoule dans le pot d'injection.

La troisième phase débute lorsque la chambre d'injection est totalement remplie. Le piston annulaire est stoppé et maintenu en position, tandis que le piston central, dont la rotation a été arrêtée, descend à la vitesse imposée et force la matière à s'écouler à travers le capillaire. La pression est mesurée à la partie basse de la zone de mesure, 3 mm au dessus du convergent du capillaire.

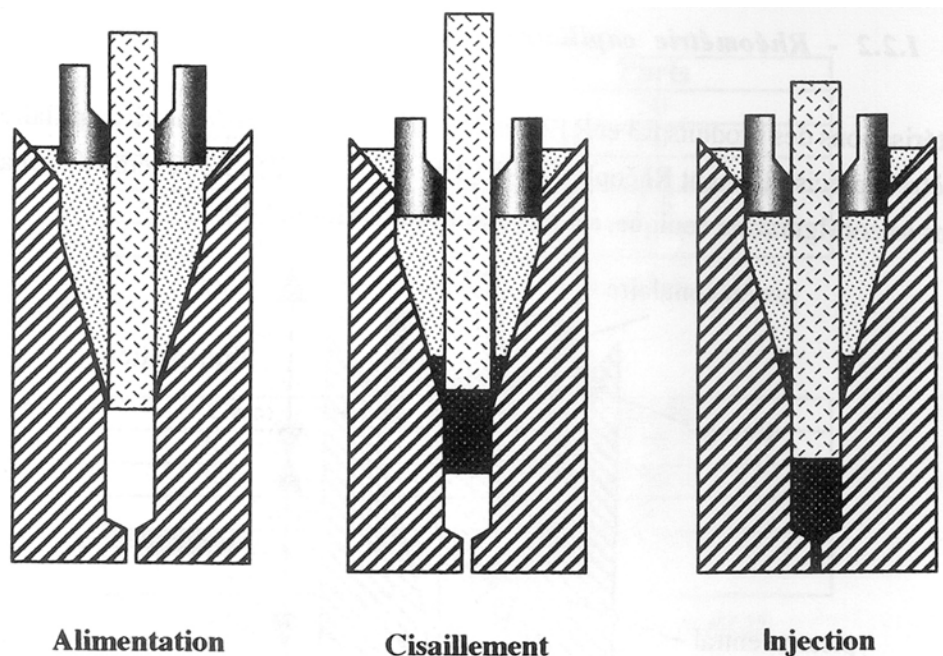


Figure I.54 : Principe de fonctionnement du rhéomètre Rhéoplast

Dans un premier temps, la formulation a été caractérisée à 80 °C. Cette température est voisine des conditions industrielles d'extrusion des élastomères. Les mesures rhéométriques ont été réalisées avec des capillaires de différents diamètres D et plusieurs longueurs L , correspondant à des rapports L/D de 0, 4, 8, et 16. Le Tableau I.3 fournit les dimensions des filières utilisées lors des essais.

Tableau I.3 : Filières cylindriques à entrée conique utilisées

Diamètres (mm)	0.93	1.39	2	3
		0	0	0
Rapport	4	4	4	4
L/D	8	8	8	8
	16	16	16	16

Les mesures sont effectuées en faisant varier la vitesse de déformation, et donc la vitesse de descente du piston. Pour chaque vitesse, de manière générale la pression augmente dans un premier temps pour se stabiliser ensuite. Ce n'est que lorsque ce plateau est atteint que la mesure de pression est effectuée. Entre chaque mesure, le rhéomètre n'est pas systématiquement nettoyé. De cette manière, les conditions sont celles d'une extrudeuse à l'intérieur de laquelle il reste toujours de la matière.

Nous avons testé la reproductibilité des expériences en nettoyant, et en ne nettoyant pas les filières à chaque mesure. La Figure I.55 présente ces résultats.

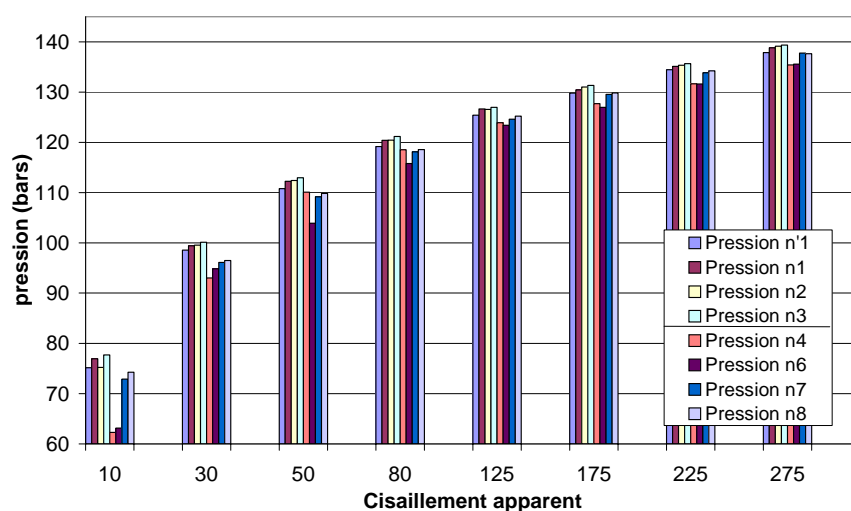


Figure I.55 : Influence du nettoyage de la filière (ϕ 1,39 et L/D=8), pour le mélange d'EPDM À 80°C. Les essais n°4 jusqu'à n°8 ont été effectués sans nettoyage de la filière

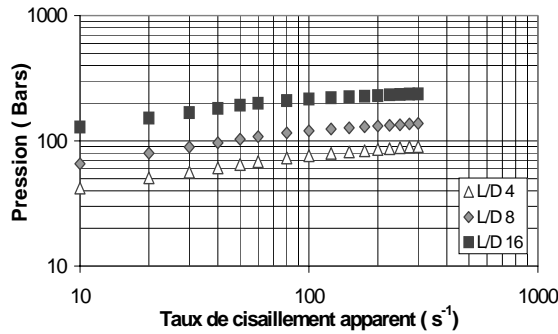
Sur la Figure I.55, on peut remarquer que tous les essais réalisés en nettoyant la filière donnent le même résultat. Par contre, les essais avec filières non nettoyées sont légèrement en dessous des premiers et on observe une faible variation des résultats en fonction du numéro de l'essai. Il est possible que la matière qui reste à l'intérieur du capillaire non nettoyé soit à l'origine d'un glissement de la matière. Pour la suite des expériences, nous ne nettoierons pas afin d'être le plus proche possible des conditions expérimentales.

III.2.4.2. Les mesures

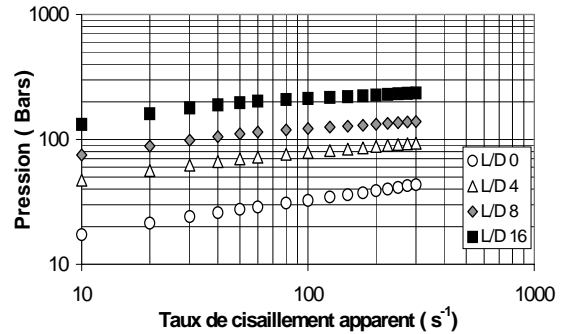
Nous nous intéressons tout d'abord aux courbes d'écoulement pour chaque diamètre de capillaire. Elles sont présentées sur la Figure I.56.

On observe une évolution relativement faible de la pression lorsque le taux de cisaillement augmente. Nous pouvons remarquer, pour des taux de cisaillement compris entre 100 et 200 s^{-1} ,

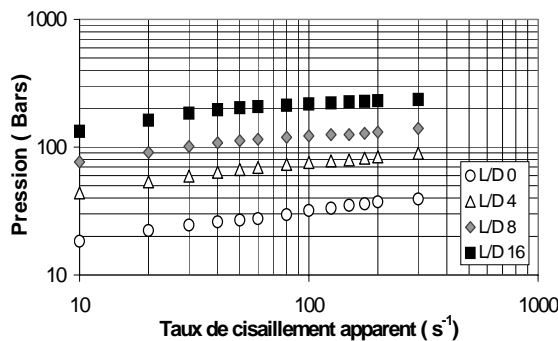
une légère rupture de pente. Cela ressemble aux courbes d'écoulement obtenues dans le cas d'un mélange à base d'EPDM par Vergnes et al. [88], (Figure I.57), qui présentent trois zones distinctes. Aux faibles taux de cisaillement la pression augmente régulièrement avec le débit (zone1). Pour un cisaillement critique, la courbe présente un plateau pour des L/D faibles et des oscillations régulières suivies d'un plateau pour des L/D plus élevées (zone2). Aux taux de cisaillement élevés, la courbe présente un point d'inflexion en début de zone 3. La pente observée pour la zone 3 est plus faible que celle de la zone 1. Karam [37], pour un autre mélange d'EPDM, trouve des résultats semblables.



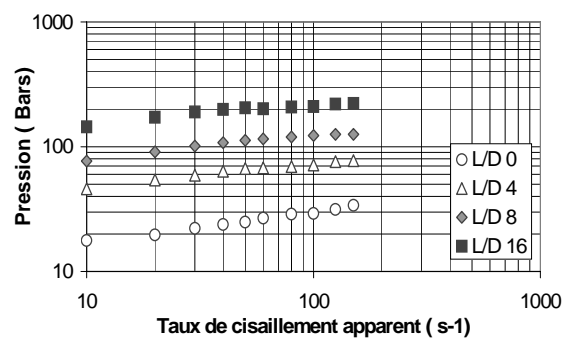
(a) Courbe d'écoulement pour le diamètre 0.93



(b) Courbe d'écoulement pour le diamètre 1.39



(c) Courbe d'écoulement pour le diamètre 2



(d) Courbe d'écoulement pour le diamètre 3

Figure I.56 : Courbes d'écoulements, perte de charge mesurée en fonction du cisaillement apparent pour différents L/D, à 80°C, pour le mélange d'EPDM non glissant

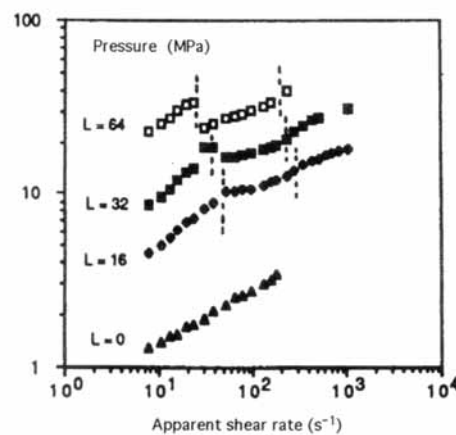


Figure I.57 : Evolution de la pression avec le taux de cisaillement [88] EDPM, T=100°C, D=2 mm

Il est possible de rapprocher ces résultats des nôtres. Si l'on se place dans le cas du capillaire de diamètre 2 mm pour un L/D de 16, nous obtenons des résultats similaires. En revanche, nous n'avons pas utilisé de longueurs plus importantes, ni exploré des taux de cisaillement aussi importants (supérieurs à 200 s^{-1}). De plus, comme le montre la Figure I.58 qui présente les relevés expérimentaux de la perte de charge en fonction du temps pour différentes vitesses de piston, nous pouvons voir un comportement irrégulier des valeurs de pressions à fort cisaillement (200 s^{-1}), même s'il est difficile de parler d'oscillations régulières.

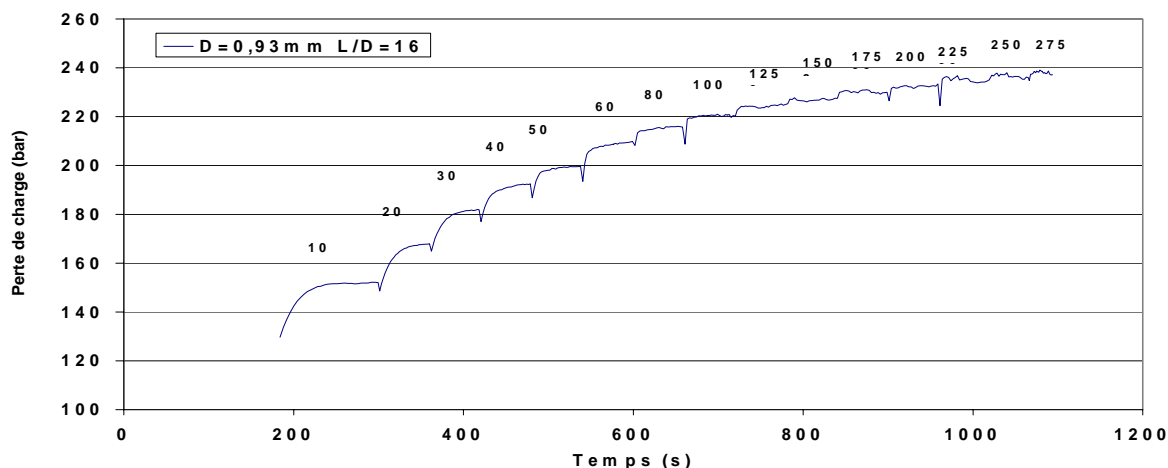


Figure I.58 : Perte de charge en fonction du temps pour différentes vitesses de piston, pour le mélange d'EPDM A à 80°C

Le calcul de la contrainte de cisaillement à la paroi nécessite de corriger les pressions par la méthode de Bagley. La Figure I.59 montre les corrections de Bagley pour le diamètre 0,93. On s'aperçoit que les mesures sont bonnes et que les régressions des droites sont correctes.

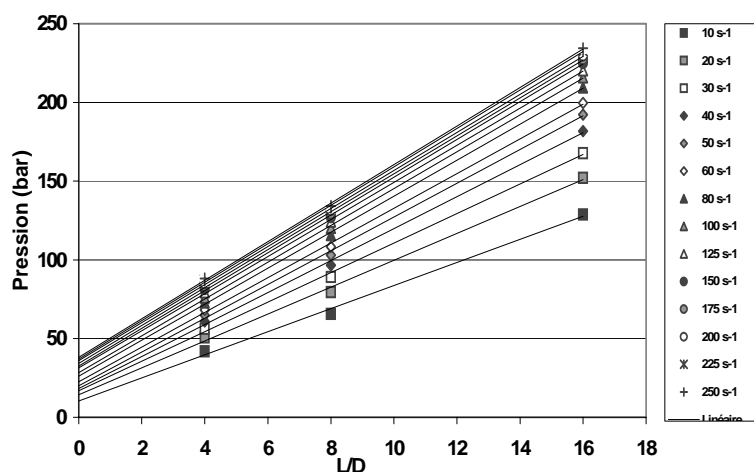


Figure I.59 : Correction de Bagley pour le diamètre 0.93 pour le mélange d'EPDM A à 80°C

Les courbes contraintes/taux de cisaillement sont présentées sur la Figure I.60 et la Figure I.61. La relative superposition des courbes lorsque l'on utilise une échelle logarithmique pourrait nous permettre de conclure au non-glissement à la paroi de notre mélange. Cependant, lorsque l'on regarde de plus près en utilisant une échelle linéaire, la distinction des courbes de contrainte est

plus nette. On peut même noter pour les faibles cisaillements un classement en fonction du diamètre.

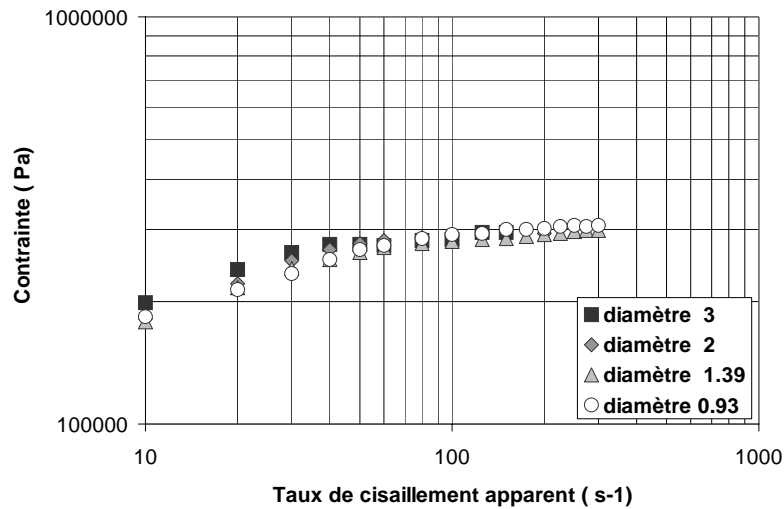


Figure I.60 : Courbe d'écoulement du mélange d'EPDM A à 80°C, (échelle logarithmique)

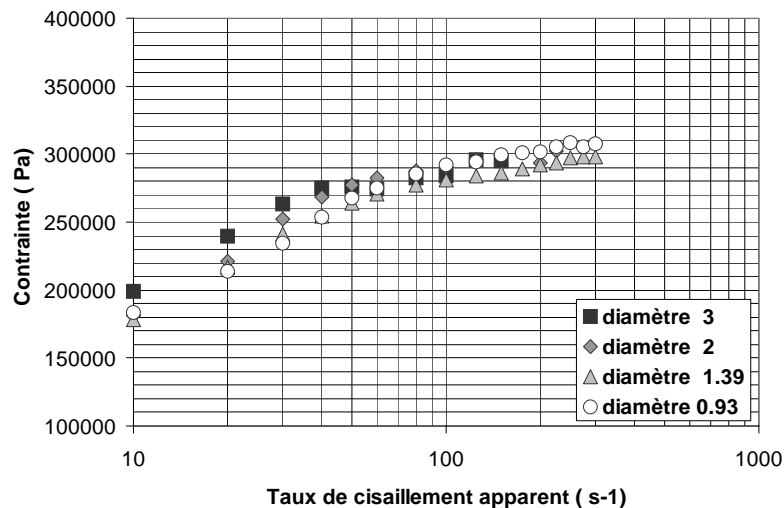


Figure I.61 : Courbe d'écoulement du mélange d'EPDM A à 80°C, (échelle linéaire)

Ces résultats sont à rapprocher de ceux de Karam [37] (Figure I.62), et laissent supposer une courbe d'écoulement à deux branches. Nous sommes confortés dans notre idée par des résultats obtenus sur un mélange industriel très proche du notre, mais contenant du noir de carbone : pour une vitesse donnée de descente de piston, nous avons relevé des instabilités de pression régulières dans le temps, puis, pour une vitesse supérieure, la pression s'est stabilisée au niveau minimal de l'instabilité précédente. Ce type de résultats qui est observé classiquement pour tous les polymères linéaires en écoulement (PEHD, PEBDL,...) est connu sous le nom de "défaut oscillant" [78]. Il peut être interprété comme une transition entre un contact collant et un contact glissant à la paroi du capillaire, la nouvelle stabilisation de pression traduisant le fait que le contact est désormais glissant. Il est à noter, que dans notre cas de figure, aucune altération de l'aspect de l'extrudat n'est discernable et le mélange semble s'extruder avec une vitesse constante. De plus, dans certains cas, nous avons aussi remarqué une stagnation de la pression alors que la vitesse du piston (donc le taux de cisaillement) augmentait, ce qui semble être caractéristique du glissement. Enfin, nous avons vu que, pour les filières orifices, les courbes de pression ne présentaient pas de rupture de pente, ce qui nous permet de croire qu'il n'y a pas d'instabilité amont.

Ces différentes remarques nous laissent donc penser que nous sommes en présence de deux branches. La branche I, où nous supposons avoir une condition de faible glissement et une branche II, qui est supposé mieux glisser.

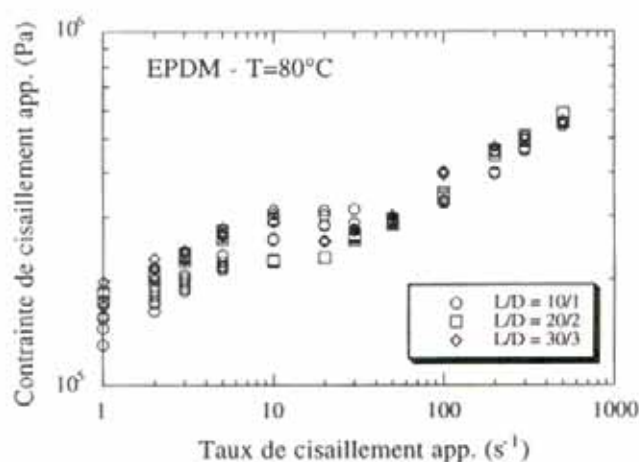


Figure I.62 : Courbe d'écoulement d'un d'EPDM à 80°C pour trois diamètres (1, 2, 3 mm) et L/D=10

III.2.4.3. Dépouillement du glissement

Nous avons effectué un dépouillement distinct (branche I et branche II) du glissement. Pour la branche I, nous effectuons un dépouillement de Mooney classique, en approximant les courbes de contraintes pour chacun des diamètres.

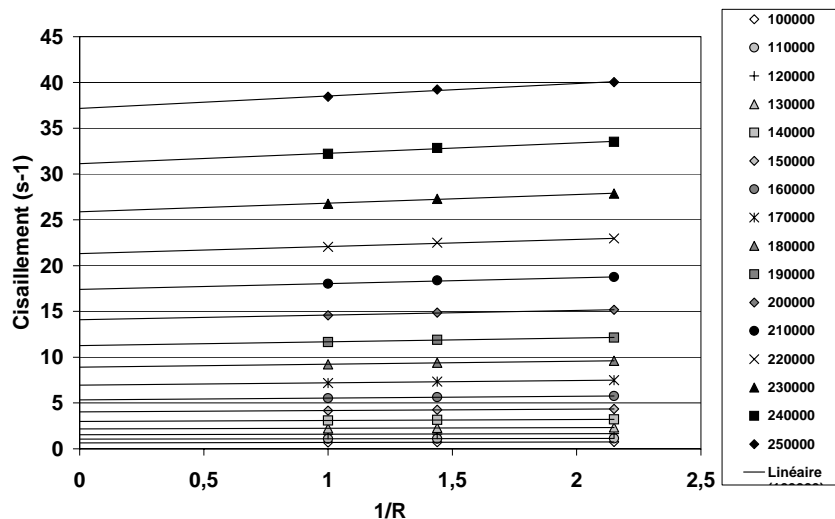


Figure I.63 : Dépouillement de Mooney, mélange A branche I

Le dépouillement de Mooney en branche I est satisfaisant et nous donne accès aux vitesses de glissement présentées sur la Figure I.65. Les valeurs obtenues sont très faibles (entre 0.1 et 1 mm/s). Notre mélange semble donc glisser très faiblement en branche I. Ce dépouillement nous donne également accès aux taux de cisaillement corrigé du glissement, donc au comportement visqueux sans glissement.

Le dépouillement en branche II, obtenu par comparaison des contraintes (Figure I.5) sans glissement de la branche I et des contraintes de la branche II, nous donne des vitesses de glissement beaucoup plus importantes.

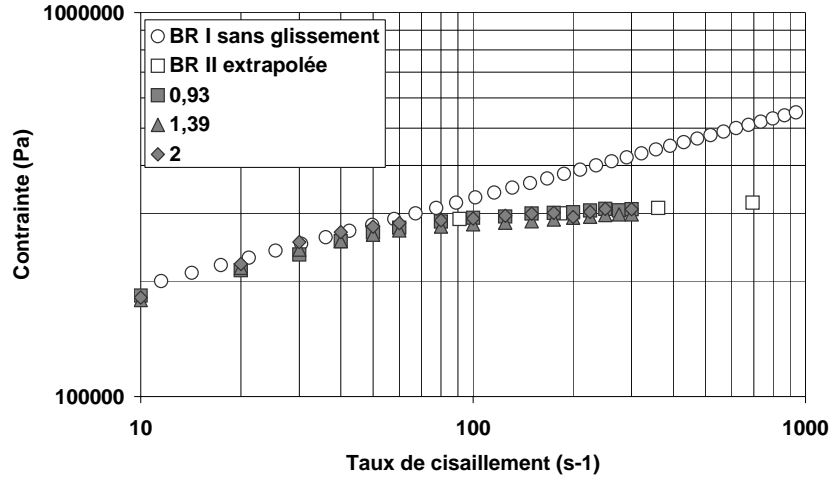


Figure I.64 : Courbe de contrainte expérimentale et issue des dépouillements

Nous pouvons caractériser ces vitesses de glissement selon une loi puissance:

$$\tau_p = \alpha K V_g^p \quad \text{Equation I. 56}$$

avec $\alpha = 7.5 \text{ m}^{-p} \cdot \text{s}^{p-m}$ et $p=0.23$ en branche I et $\alpha = 2.31 \text{ m}^{-p} \cdot \text{s}^{p-m}$ et $p=0.04$ en branche II.

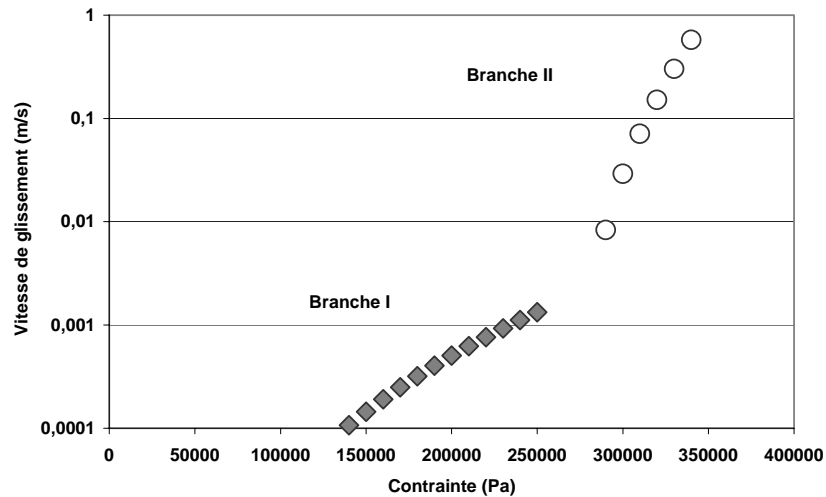


Figure I.65 : Vitesse de glissement en branche I et branche II, mélange A à 80°C

Les résultats obtenus sont en accord avec la littérature. En effet, le glissement branche I- branche II semble être caractéristique des mélanges d'EPDM [31], [88]. Nous trouvons des ordres de grandeur semblable à ceux de la Figure I.42. De plus, le passage entre les deux branches s'effectue pour une valeur de contrainte critique, où là encore nos résultats, (0.28 Mpa), sont en accord avec la littérature : Vergnes et al. [88] trouve 0.23 MPa, Karam [37] 0.27 MPa

Enfin, il est intéressant de comparer la vitesse de glissement avec la vitesse moyenne \bar{V} , qui résulte à la fois de l'écoulement de glissement et de l'écoulement de cisaillement.

$$\bar{V} = \frac{Q}{\pi R^2} = \dot{\gamma} \cdot \frac{R}{4} \quad \text{Equation I.57}$$

Le rapport entre vitesse de glissement et vitesse moyenne pour les différents diamètres de capillaire est représenté sur la Figure I.66.

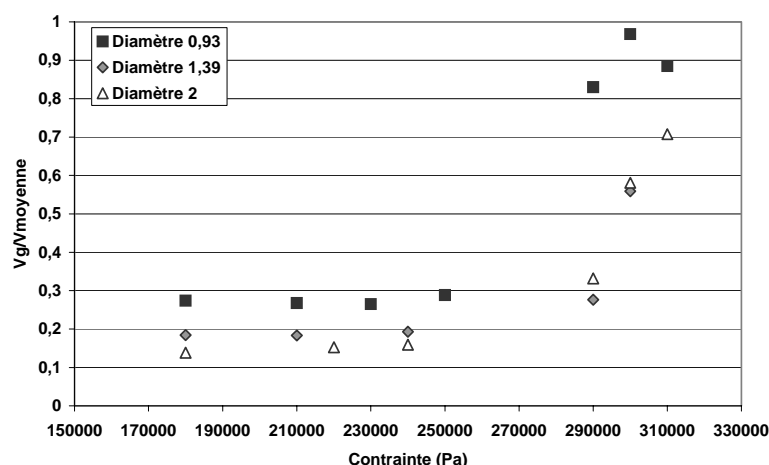


Figure I.66 : Rapport entre vitesse de glissement et vitesse moyenne dans les différents capillaires

On constate sur la branche I que le rapport V_g/V_{moy} est faible, indépendant de la contrainte de cisaillement, quel que soit le capillaire considéré, et diminue quand le diamètre augmente. En revanche, sur la branche II, le rapport est d'autant plus important que la contrainte augmente.

III.2.4.4. Viscosité

La courbe de viscosité du mélange sans glissement peut être directement obtenue à partir de l'analyse précédente. Toutefois, si l'on dépouille les données sans tenir compte de celui-ci, on peut obtenir une viscosité "apparente", tracée sur la Figure I.67. On constate que l'effet du diamètre est minime et que l'on peut, de manière très globale, décrire le comportement par une loi puissance. Les courbes de viscosité apparentes et corrigées semblent quasi superposées jusqu'à $50-60 \text{ s}^{-1}$, zone où le glissement commence à être sensible. Si l'on ne veut pas introduire de loi de glissement dans la simulation, on pourra se contenter d'une viscosité apparente, décrite par une loi puissance :

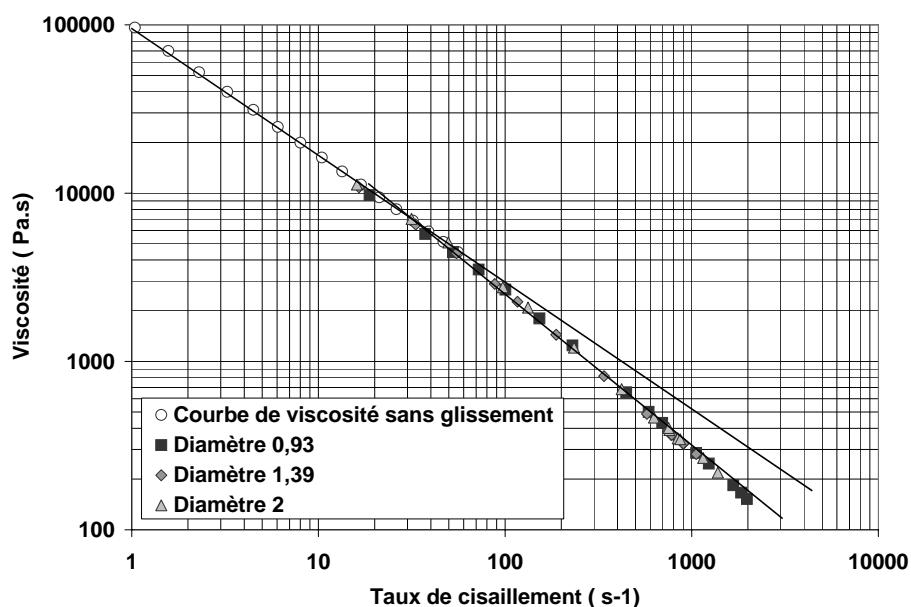


Figure I.67 : Courbe de viscosité en fonction du taux de cisaillement, pour le mélange d'EPDM A à 80°C

$$\eta = K_0 \dot{\gamma}^{m-1}$$

Equation I.58

Pour les courbes de viscosité “apparente” on trouve les facteurs suivant :

$$K_0 = 150000 \text{ Pa.s}^m \quad \text{et} \quad m = 0.11$$

Tandis que pour la courbe de viscosité corrigée du glissement, on trouve :

$$K_0 = 100000 \text{ Pa.s}^m \quad \text{et} \quad m = 0.23$$

Ces résultats sont, comme le montre la Figure I.68, identiques à ceux obtenus au CDR, avec le même mélange, sur un autre rhéomètre capillaire et avec l'utilisation d'autres filières de diamètres différents.

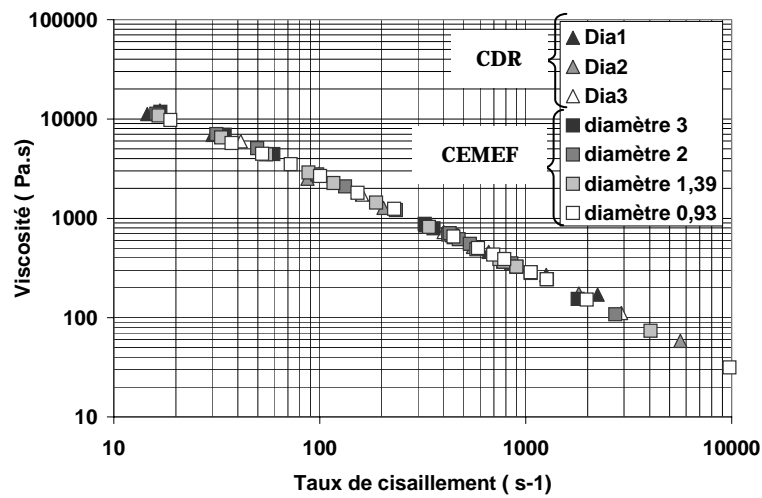


Figure I.68 : Courbe de viscosité en fonction du taux de cisaillement, pour le mélange d'EPDM A à 80°C

Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature. En effet, pour les mélanges d'élastomères en général, les coefficients de pseudo plasticité sont faibles. Karam [38] ou encore Mezry [58] trouvent respectivement 0.14 et 0.3 pour des mélanges d'EPDM. Il est important de noter que le coefficient directeur de la pente n'est pas évaluable très précisément, tout dépendant de l'endroit où l'on se place sur la courbe. Le Tableau I.4 présente les valeurs de la littérature.

Tableau I.4 : Valeurs des paramètres rhéologiques pour divers élastomères de la littérature

Mélange	T (°C)	m	K (Pa.s ^m)	Auteur
SBR	100	0.21	132300	[67], [68]
NR	100	0.12	43636	[18]
NR	100	0.2	108000	[96]
SBR	100	0.19	142000	[96]
EDPM	80	0.46	60000	[31]
EPDM	80	0.21	102000	[5]
EPDM	80	0.28	191029	[58]
EPDM	100	0.18-0.27	62000-157600	[54]

III.2.4.5. Thermodépendance de la viscosité

Nous évaluons la thermodépendance de notre matériau en effectuant des essais à trois températures 80, 100 et 120°C. La Figure I.69 présente la perte de charge mesurée en fonction du cisaillement apparent pour différentes températures. Quelle que soit la filière utilisée, nous trouvons que les pressions ont tendance à diminuer avec l'augmentation de la température, ce qui est en accord avec tout ce que l'on peut trouver dans la littérature.

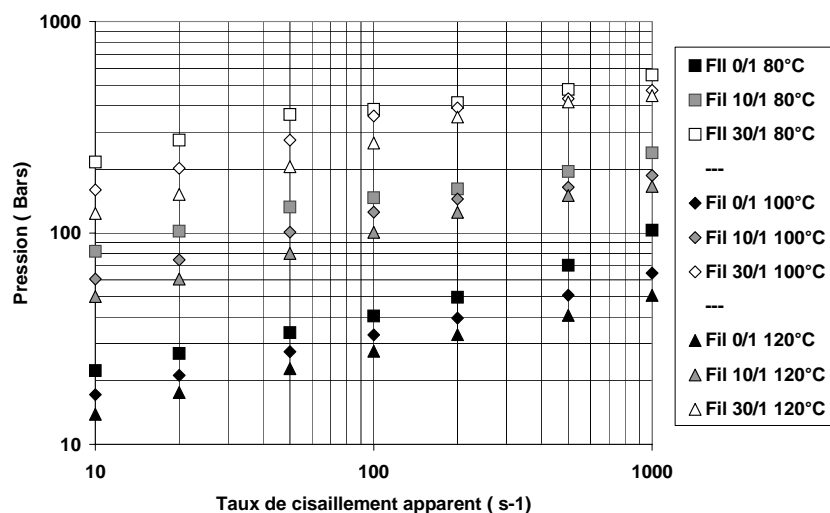


Figure I.69 : Perte de charge mesurée en fonction du cisaillement apparent pour différentes températures, pour le mélange d'EPDM non glissant

Les courbes de contraintes en fonction du taux de cisaillement pour les différentes températures sont distinctes et rangées dans l'ordre décroissant des températures (Figure I.70). Nous pouvons remarquer que la thermodépendance est plus forte en branche I, en effet la branche II semble peu sensible aux variations de température. Ce résultat est aussi en accord avec les conclusions de la littérature [78].

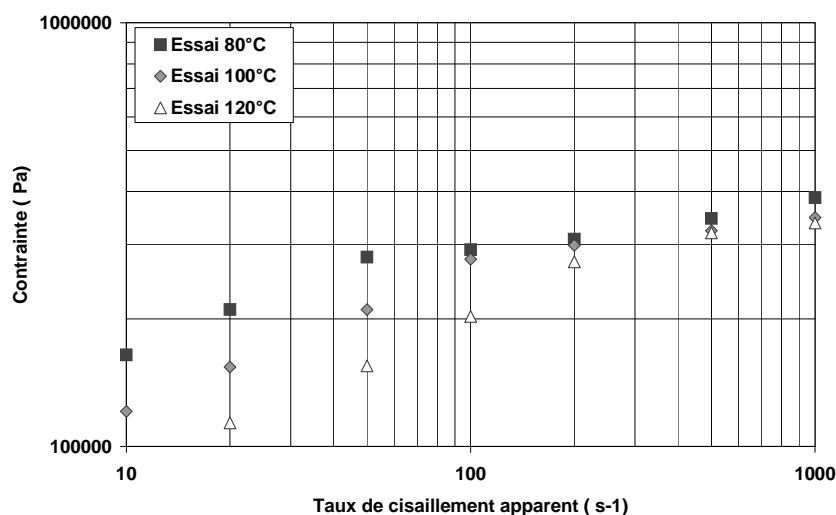


Figure I.70 : Courbes d'écoulements du mélange d'EPDM A à différentes températures

Comme nous l'avons fait en rhéométrie plan plan, il est possible de faire glisser les courbes de contraintes l'une par rapport à l'autre de manière à les superposer (Figure I.71). L'obtention de cette courbe maîtresse nous permet d'obtenir un facteur de glissement a_t . La description de la thermodépendance par une loi de type Arrhenius nous donne comme précédemment l'énergie d'activation du mélange A : 47 KJ/mol (5650 K).

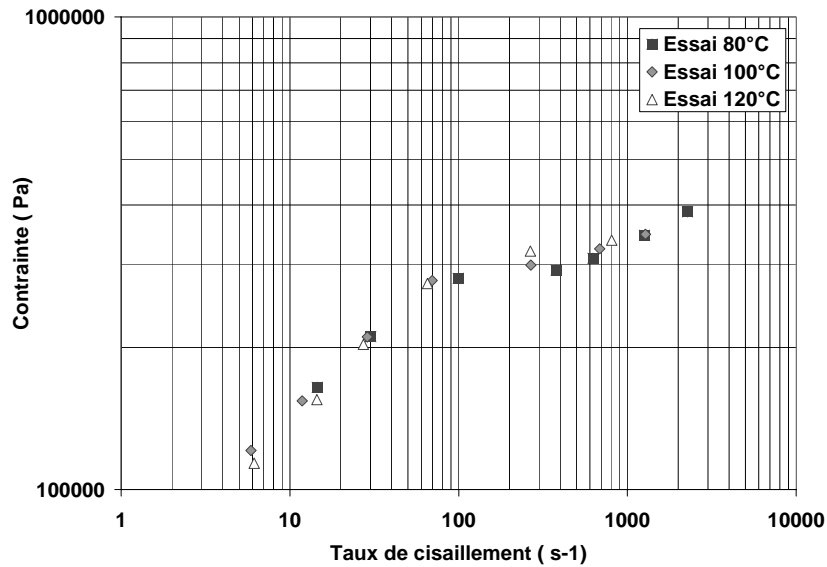


Figure I.71 : Courbe maîtresse en capillaire, superposition temps/température du mélange d'EPDM A

Ces résultats sont en accord avec ceux que l'on peut trouver dans la littérature. Ces valeurs sont cependant inférieures à celles trouvées en rhéologie plan.

Tableau I.5 : Valeurs de la thermodépendance pour divers élastomères de la littérature

Mélange	E/R (°K)	Auteur
NR	6694	[18]
EPDM	5100	[5]
EPDM	5800-7150	[68]
EPDM	5000	[38]
SBR	6000	[37]

III.2.5. Confrontation des résultats

III.2.5.1. Comparaison Mooney / Capillaire

En supposant que le matériau suit une loi puissance avec un contact collant en paroi, Mooney [66] calcule le taux et la contrainte de cisaillement aux bords du rotor selon :

$$\dot{\gamma} = \frac{R_1 \Omega}{h} \quad \text{Equation I.59}$$

$$\tau_p = \frac{M_0(n+3)}{4\pi R_1^3 \left[1 + \frac{n+3}{2} \cdot \frac{b}{R_1} \left(\frac{2h}{1 - \left(\frac{R_1}{R_2} \right)^{\frac{2}{n}}} n R_1 \right) \right]} \quad \text{Equation I.60}$$

Ω : la vitesse du rotor : 2tr/min soit 0.21 rad/s

M_0 : le couple mesuré : 40.3MU, soit 3.35 N.m

n : indice d'écoulement : 0.1

b, h, R_1, R_2 : les dimensions de la chambre et du rotor (Figure I.43), respectivement $5.54 \cdot 10^{-3} \text{m}$, $2.525 \cdot 10^{-3} \text{m}$, $19.05 \cdot 10^{-3} \text{m}$, $25.465 \cdot 10^{-3} \text{m}$

Ainsi $\dot{\gamma}$ vaut 1.58s^{-1} et τ_p , **94534 Pa.**

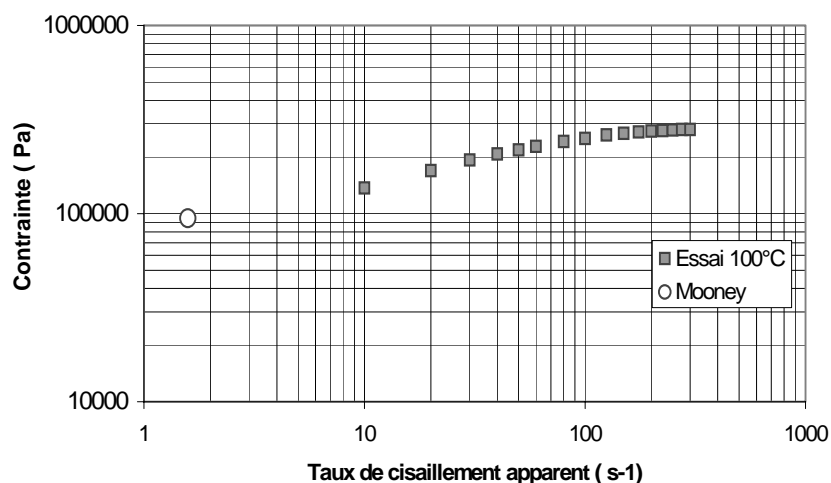


Figure I.72: Courbe d'écoulement du mélange A à 100°C réalisée en capillaire, $d=1.39 \text{mm}$

La Figure I.72 montre un accord satisfaisant entre les résultats obtenus en rhéométrie capillaire et le calcul approché pour le viscosimètre de Mooney. Le petit écart que nous trouvons peut s'expliquer par le faible glissement en branche I. En effet, le glissement induit des valeurs de contraintes un peu plus faibles, or le rotor étant strié, la mesure de Mooney peut être considérée comme étant faite dans des conditions de non glissement.

III.2.5.2. Comparaison Plan-plan / Capillaire

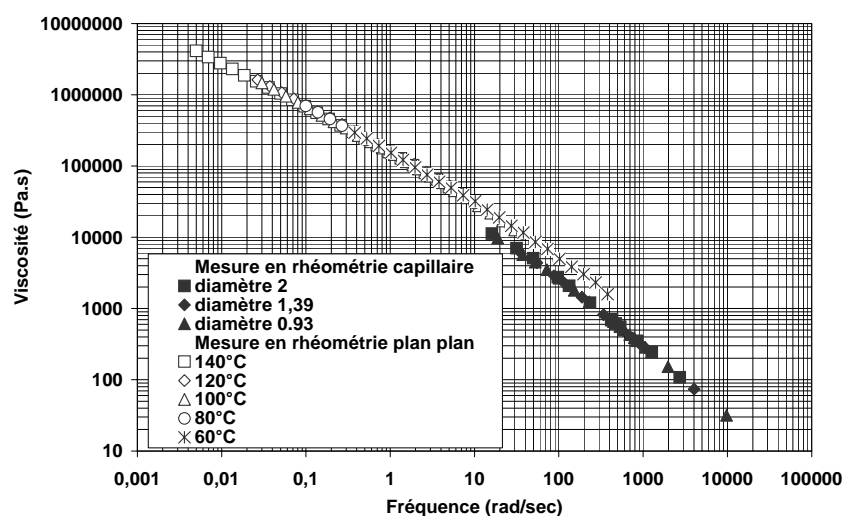


Figure I.73 : Règle de Cox Merz pour des courbes maîtresse à 80°C, pour le mélange d'EPDM A

La règle de Cox-Merz permet d'assimiler la viscosité fonction du taux de cisaillement en rhéométrie capillaire à la viscosité complexe fonction de la fréquence en régime oscillatoire. La Figure I.73 montre que les résultats obtenus ne se superposent pas, même si le coefficient de pseudo-plasticité, soit la pente des droites obtenues, semble très proche.

On sait qu'en général le principe de superposition de Cox-Merz ne fonctionne pas sur des matériaux chargés, ce qui est le cas du caoutchouc. Ce résultat n'est donc pas une surprise. Il est cependant possible de regarder si ce décalage ne provient pas d'un problème de régulation de la température des outils. On peut vérifier que la courbe capillaire à 80°C pourrait s'aligner avec celle obtenue en plan plan à 140°C. Une erreur de régulation de plus de 50°C n'est toutefois pas plausible. Le principe de superposition de Cox-Merz ne fonctionne donc pas.

III.2.6. Conclusion

Le comportement du mélange A sera traduit en première approximation par une loi puissance. Nous utiliserons les valeurs de la courbe de viscosité "apparente", puisque dans nos calculs futurs nous ne ferons pas intervenir le glissement.

$$\eta = K_0 \exp \left(\frac{E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right) \dot{\gamma}^{m-1}$$

150000 Pa.s⁻¹ 757 °K 0.11
353 °K

Nous notons ici une thermodépendance relativement faible, un coefficient de pseudo plasticité très faible et une consistance relativement importante.

Nous avons choisi la valeur d'énergie d'activation obtenue en rhéométrie plan-plan, en raison d'un meilleur contrôle de la température sur cet appareil. Enfin, il est très important de noter que l'énergie d'activation qui intervient dans la loi puissance doit être pondérée par l'indice d'écoulement m . En effet, le tracé de la courbe maîtresse correspond à :

$$\frac{\eta}{a_t} = K (\dot{\gamma} a_t)^{m-1} \quad \text{Equation I.61}$$

Soit :

$$\eta = K a_t^m (\dot{\gamma})^{m-1} \quad \text{Equation I.62}$$

Soit :

$$\eta = K_0 \exp m \cdot \frac{E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) (\dot{\gamma})^{m-1} \quad \text{Equation I.63}$$

On voit donc qu'en fait l'énergie d'activation dans la loi de comportement est l'énergie d'activation obtenu par le tracé de courbes maîtresses multiplié par l'indice de pseudoplasticité. Dans notre cas, il y a donc un facteur dix, qui est de loin non négligeable.

III.3. Caractérisation rhéologique du mélange B

III.3.1. Le mélange

Comme nous l'avons vu dans la bibliographie, l'ajout de stéarate de zinc favorise le glissement d'un mélange. Ainsi, pour la formulation d'un mélange "glissant", nous avons choisi de conserver les mêmes éléments et en même quantité que le mélange précédent, et d'y ajouter 12 parts de stéarate de zinc. Ainsi, nous pensons conserver une rhéologie de volume identique et induire un glissement plus important à la paroi.

Tableau I.6 Formulation du mélange B

Mélange (part)	Produit	
100	EDPM	Vistalon 8600
40	Kaolin	Polestar 200R
30	Craie	Craie BSH
50	Talc	Mistronvapor RP6
60	Huile paraffinique	Plaxene 6110
5	Activateur de vulcanisation	ZnO actif
1	Activateur de vulcanisation	Acide Stéarique
5	Blanchisseur	TiO ₂ Anatase
2	Anti humidité	Calsec GRP
12	Agent glissant	Stéarate de zinc

III.3.2. La mesure

Nous avons effectué les mesures sur le même rhéomètre capillaire et avons utilisé les mêmes filières que pour le mélange précédent.

Avant chaque mesure, nous avons procédé à un rodage, comme le montre la Figure I.74. Cela consiste à faire passer du mélange dans le capillaire un certain nombre de fois jusqu'à obtenir une relative stagnation de la valeur de pression pour chaque filière de chaque diamètre. Nous avons vu dans la littérature que le stéarate de zinc avait tendance à migrer aux parois du capillaire au cours du temps. De plus, comme lors des mesures précédentes, cela nous permet d'être proche des conditions opératoires d'extrusion et d'avoir une bonne reproductibilité des mesures. La Figure I.75 présente la pression en fonction de la vitesse du piston pour différent L/D pour la filière 0.93. Chaque expérience a été répétée. Les résultats se superposent bien.

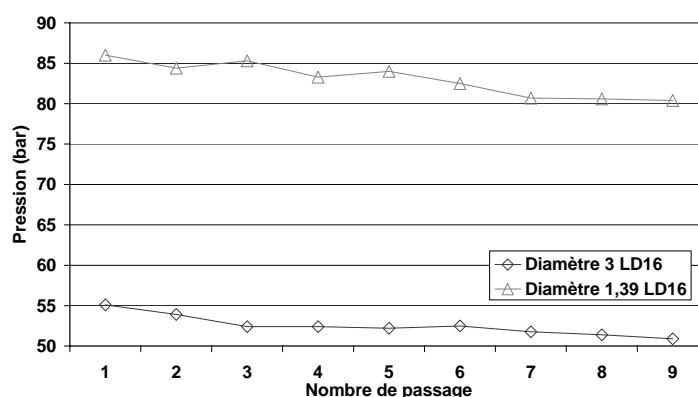


Figure I.74 : Rodage des filières

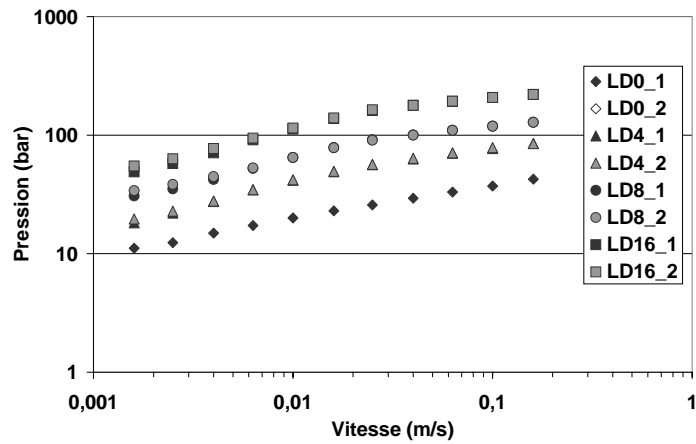
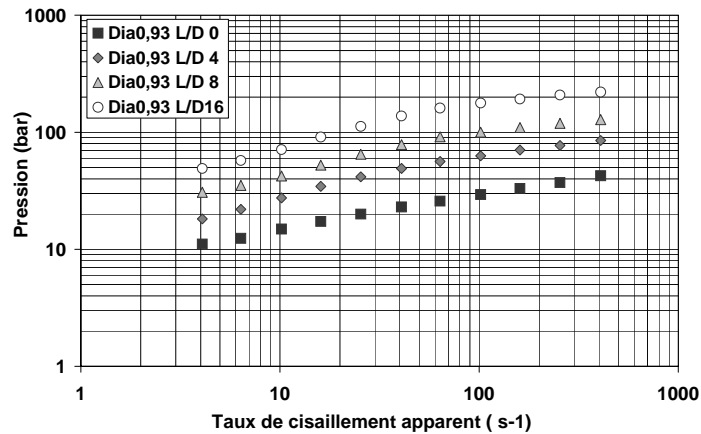
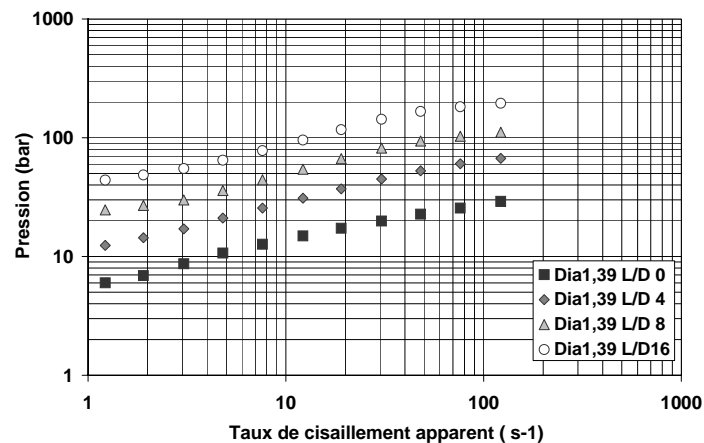


Figure I.75 : Reproductibilité des expériences, mélange B à 80°C filière 0.93 mm

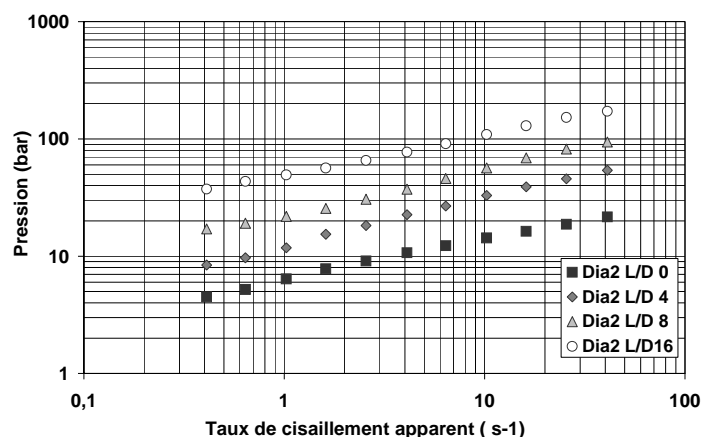
La Figure I.76, présente les relevés de pression pour chaque filière. Nous ne notons aucun point particulier, si ce n'est, comme précédemment une rupture de pente pour toutes les longueurs à l'exception de la filière orifice ($L/D=0$). Les courbes ont dans l'ensemble une bonne allure générale.



(a) Courbe d'écoulement Diamètre 0.93



(b) Courbe d'écoulement Diamètre 1.39



(c) Courbe d'écoulement Diamètre 2

Figure I.76 : Perte de charge mesurée en fonction du cisaillement apparent pour différents L/D, Pour les diamètres 0.93, 1.39, 2, 3, Mélange B à 80°C

Le dépouillement en contrainte est présenté Figure I.77. A la différence du mélange A, les courbes de contrainte en fonction du taux de cisaillement apparent pour chaque capillaire ne se superposent pas, et nous confirment un glissement plus important. Pour des cisaillements supérieurs à 100 s^{-1} les courbes de contrainte sont superposées. Comme nous l'avons vu dans la littérature [18] [30], nous pouvons supposer que, dans cette zone, le glissement est masqué par l'écoulement de cisaillement. En revanche, comme nous l'avons déjà explicité dans la partie précédente, un choix de dépouillement doit être effectué. Pour les mêmes raisons, nous optons pour un dépouillement branche I branche II. Nous allons appliquer les dépouillements classique du glissement à la branche I. Puis, grâce à ce dernier, nous obtiendrons une courbe des contraintes corrigées du glissement. La vitesse de glissement de la branche II sera obtenue par différence entre les deux courbes de contrainte (Equation I.16). Pour le mélange B nous obtenons également une contrainte critique d'environ 0.28 MPa.

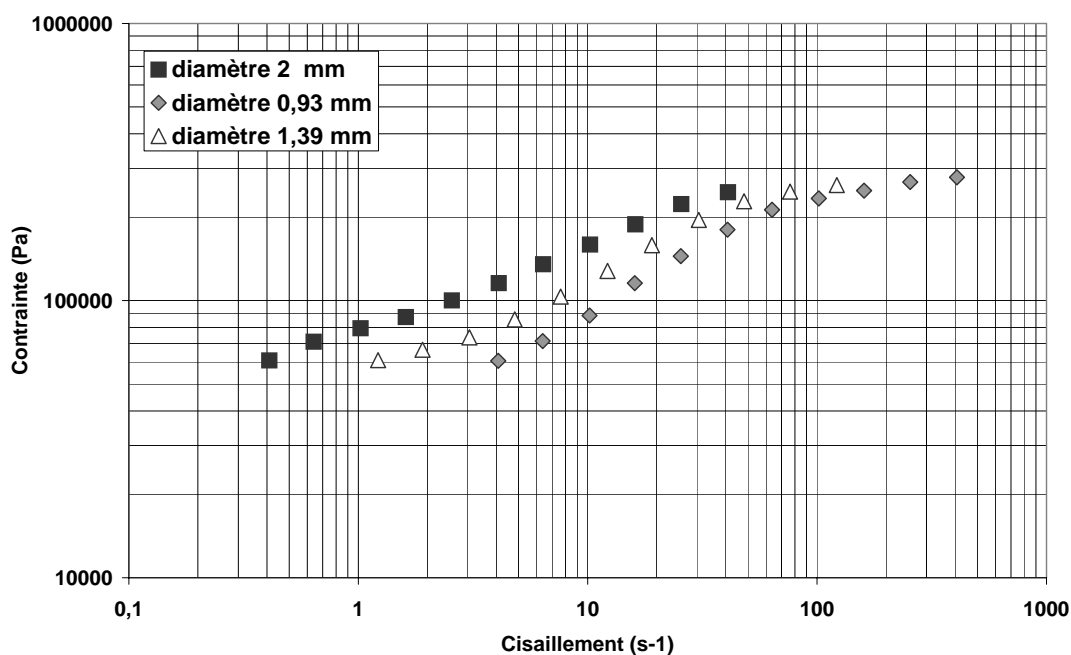


Figure I.77 : Courbe de contrainte en fonction du taux de cisaillement pour le mélange B à 80°C.

III.3.2.1. Méthode de Mooney

Nous utilisons tout d'abord la méthode de Mooney [62] qui se base sur l'hypothèse que la vitesse de glissement n'est fonction que de la seule contrainte de cisaillement à la paroi. Nous traçons donc dans un premier temps (Figure I.78) le taux de cisaillement en fonction de l'inverse du rayon du capillaire.

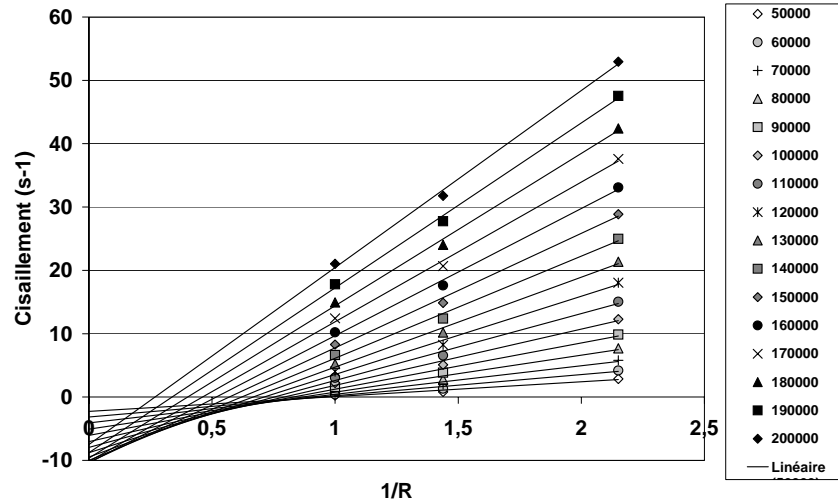


Figure I.78 : Dépouillement de Mooney sur le mélange d'EPDM B

L'alignement des points est très correct, cependant les droites obtenues ont des ordonnées à l'origine négatives. Nous allons donc nous tourner vers d'autres méthodes.

III.3.2.2. Méthode de Wiegrefe

Wiegrefe [89] propose de tracer le cisaillement en fonction cette fois de l'inverse du carré du rayon (Figure I.79). Il suppose que la vitesse de glissement dépend de la contrainte, mais aussi du rayon du capillaire et donc de la géométrie. Le fait d'appliquer cette méthode nous permet de conserver un bon alignement des points. De plus, et c'est là que se trouve l'intérêt de la méthode, nous obtenons des ordonnées à l'origine positives.

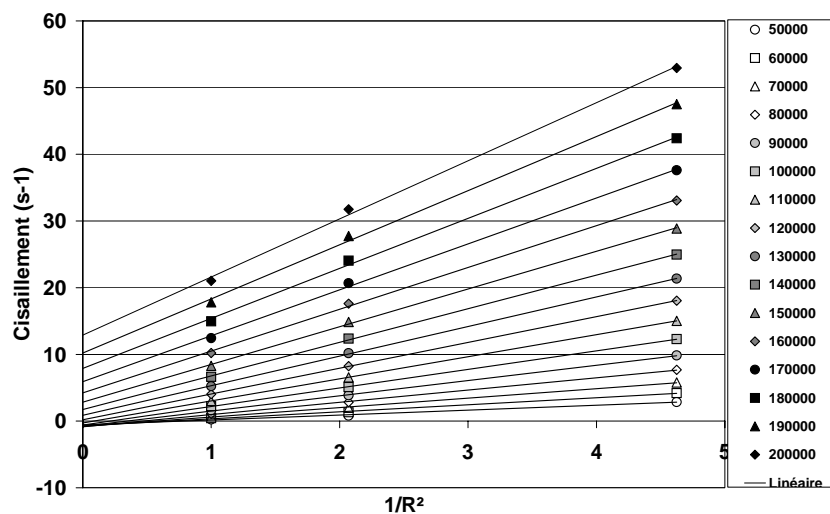


Figure I.79 : Dépouillement de Wiegrefe sur le mélange d'EPDM B

La poursuite du dépouillement nous permet de tracer la vitesse de glissement en fonction de la contrainte de cisaillement et du diamètre. Nous obtenons ainsi des lois de glissement dépendantes

de la géométrie. Celles-ci sont globalement définies par une loi de Norton-Hoff. Les paramètres en fonction du diamètre sont consignés dans le Tableau I.7.

$$\tau_p = \alpha K V_g^p \quad \text{Equation I. 64}$$

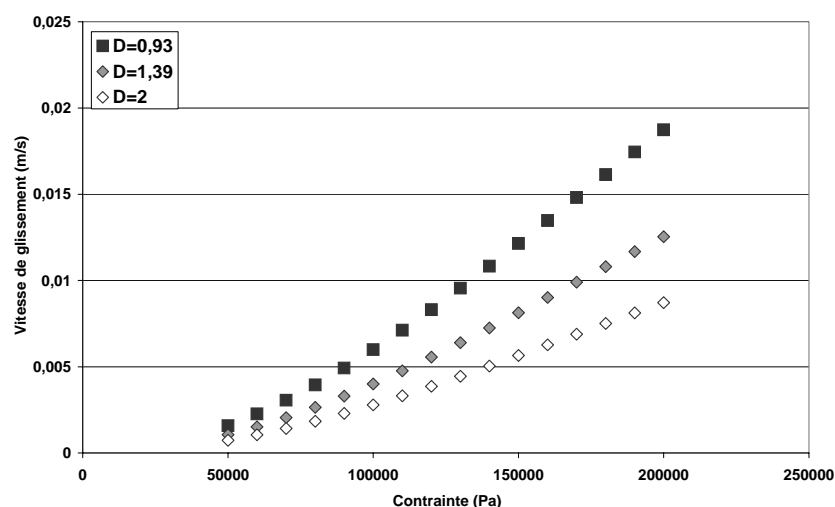


Figure I.80 : Vitesse de glissement obtenue avec le dépouillement de Wiegrefe, sur le mélange B.

Diamètre (mm)	αK (Pa.m ^{-p} .s ^p)	p
0.93	1786240	0.56
1.39	2236666	0.56
2	2741704	0.56

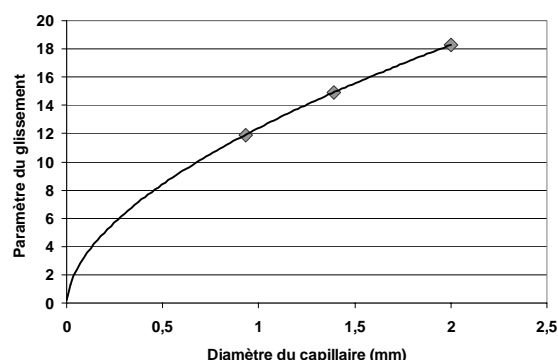


Tableau I.7 : Paramètres des lois de glissement par le dépouillement de Wiegrefe

Figure I.81 : Paramètre de glissement en fonction du diamètre des capillaires

Lorsque l'on trace le paramètre de glissement α en fonction du diamètre des capillaires, nous pouvons exprimer la variation grâce à une loi puissance pour pouvoir réaliser des comparaisons avec la littérature, car une loi linéaire aurait également pu convenir.

$$\alpha = a.X^b \quad \text{Equation I. 65}$$

avec $a=590$ et $b=0.56$ pour un diamètre X exprimé en mètre (m). Ainsi, nous pouvons écrire une loi globale de glissement du mélange B en branche I à 80°C :

$$\tau_p = a.K.X^b.V_g^p \quad \text{Equation I. 66}$$

Nous pouvons noter que ces résultats sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus par Mourniac [67]. En effet, il obtient les coefficients suivants : $a=127$ et $b=0.44$, pour un SBR.

L'ordonnée à l'origine des courbes de la Figure I.79 nous donne, pour chaque contrainte, le cisaillement apparent du matériau sans glissement. Nous pouvons ainsi, par un dépouillement classique d'essai capillaire, accéder au comportement de volume du mélange. Nous pouvons grâce à ce résultat exprimer la vitesse de glissement en branche II, que nous représentons sur une même figure (Figure I.83) avec la vitesse de glissement en branche I.

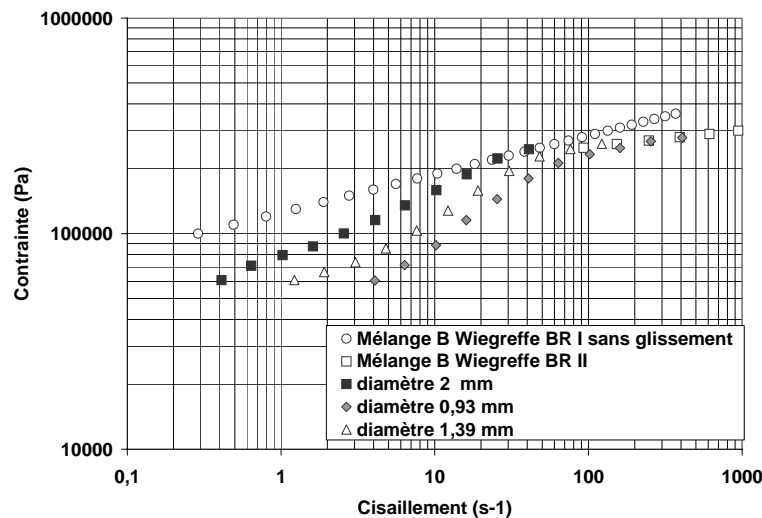


Figure I.82 : Courbe de contrainte expérimentale et issue des dépouillements

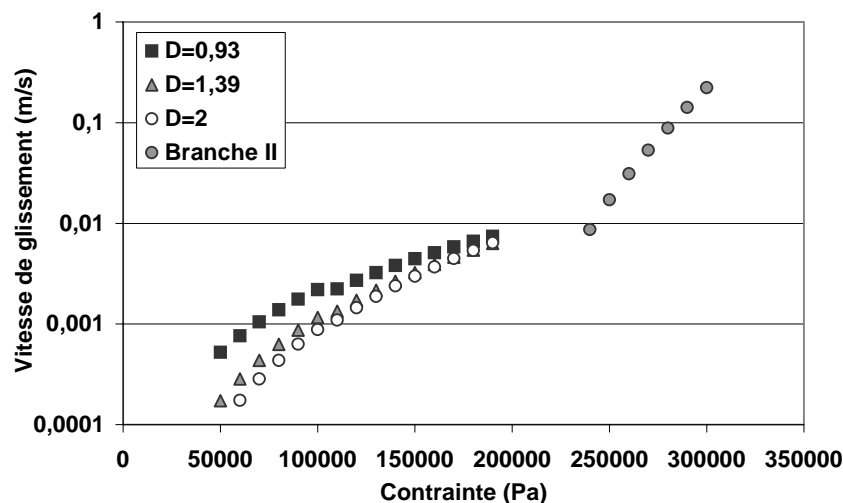


Figure I.83 : Vitesse de glissement en branche I et branche II, mélange B à 80°C

La vitesse de glissement en branche II peut aussi être définie par une loi puissance du même type, avec les paramètres suivant : $\alpha=2.21$ et $p=0.06$. Les comparaisons avec les autres résultats seront décrites par la suite dans le paragraphe synthèse.

III.3.2.3. Méthode de Geiger

Geiger [29] a proposé un dépouillement de type exponentiel, où il intègre également une dépendance de la géométrie. Cependant, lorsque nous regardons de près le dépouillement de Mooney ou Wiegrefe, les points sont relativement bien alignés. On peut alors déjà s'interroger sur le fait de faire intervenir une dépendance logarithmique.

La Figure I.84 montre toutefois que le traitement reste acceptable dans le cas de nos résultats, excepté pour les faibles contraintes. On en déduit les vitesses de glissement présentées Figure I.85, qui semblent moins dépendre du diamètre qu'avec la méthode précédente.

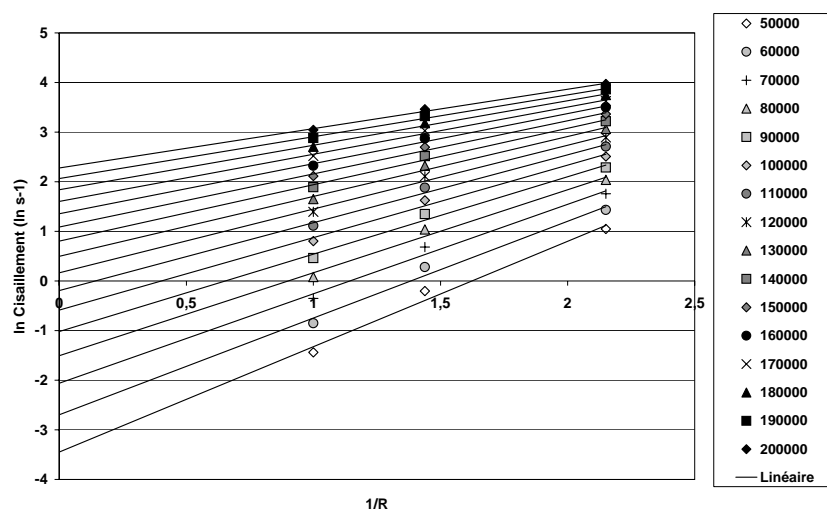


Figure I.84 : Dépouillement selon Geiger sur le mélange d'EPDM B

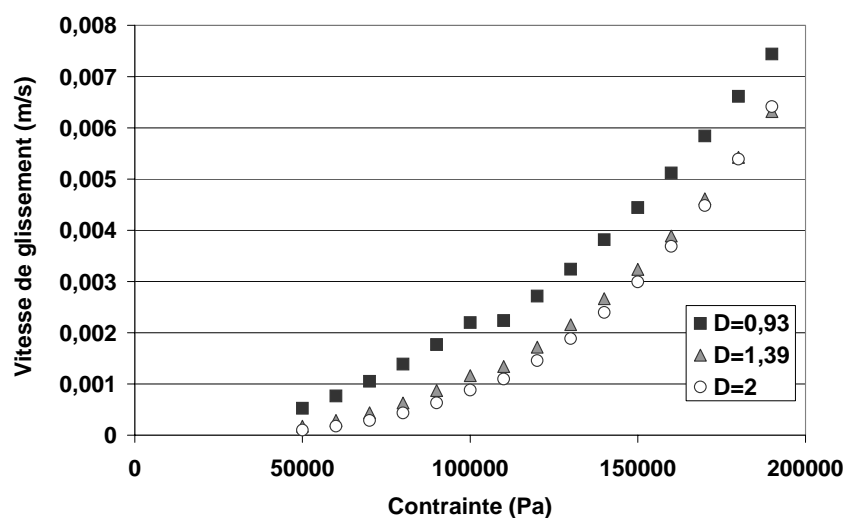


Figure I.85 : Vitesse de glissement selon le dépouillement de Geiger sur le mélange d'EPDM B

Le Tableau I.8 nous donne les paramètres des lois de glissement. Contrairement au cas précédent, p varie avec le diamètre (Figure I.86). L'ordre de grandeur est cependant proche des résultats obtenus avec la méthode de Wiegrefe. Nous constatons, comme précédemment, une augmentation du paramètre α avec le diamètre, cependant, contrairement au dépouillement de Wiegrefe, nous ne pouvons définir de loi, l'alignement des points n'étant pas satisfaisant.

La Figure I.85 et la Figure I.86 nous amènent à émettre des réserves sur le dépouillement de Geiger. Nous regarderons précisément la comparaison avec le dépouillement de Wiegrefe dans la synthèse.

Diamètre (mm)	αK (Pa.m ^{-p} .s ^p)	p
0.93	969618	0.32
1.39	1285306	0.38
2	2417148	0.51

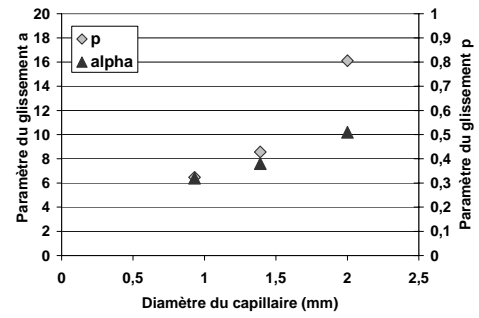


Tableau I.8 : Paramètres des lois de glissement par le dépouillement de Geiger

Figure I.86 : Paramètre de glissement en fonction du diamètre des capillaires

Enfin, comme pour le dépouillement de Wiegrefe, nous pouvons remonter à la rhéologie de volume.

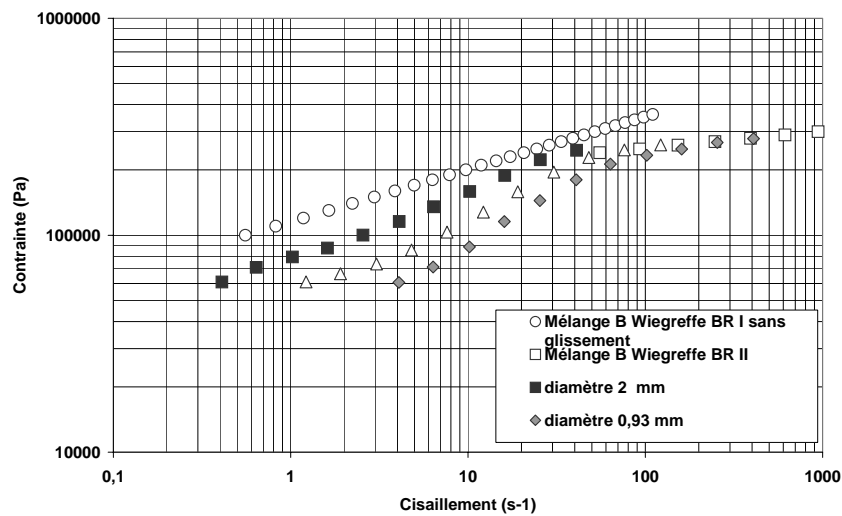


Figure I.87 : Courbe de contrainte expérimentale et issue des dépouillements

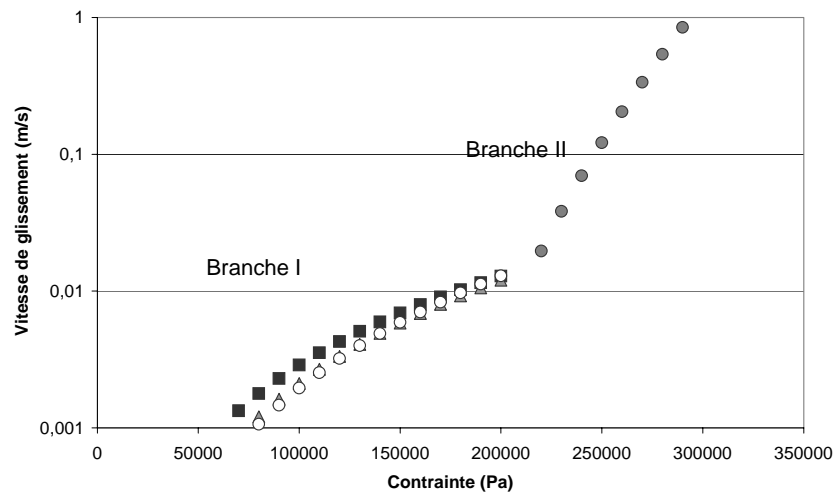


Figure I.88 : Vitesse de glissement en branche I et branche II, mélange B à 80°C

La vitesse de glissement en branche II peut aussi être définie par une loi puissance du même type avec les paramètres suivant : $\alpha=2.23$ et $p=0.07$.

III.3.3. Synthèse

Nous pouvons dans un premier temps comparer les dépouillements de Wiegrefe et Geiger : pour ce faire nous regardons comment se disposent les courbes de contrainte en fonction du cisaillement pour chacune des méthodes (Figure I.89).

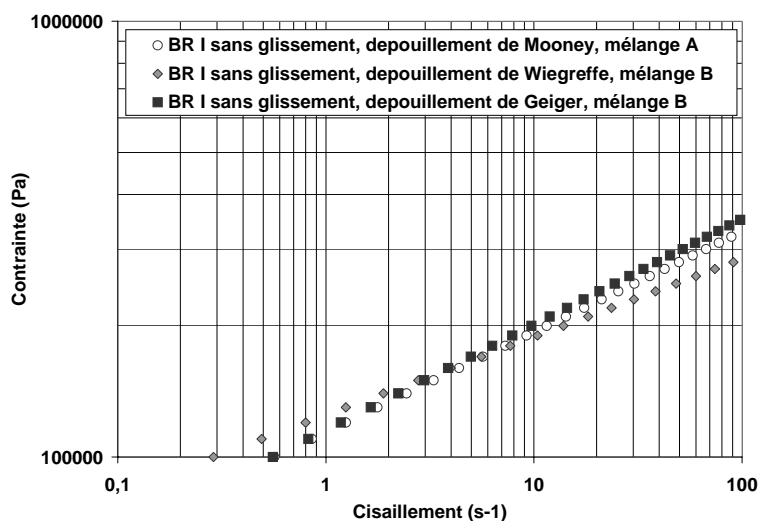


Figure I.89 : Courbe de contrainte sans glissement issue des différents dépouillements

Les courbes sont relativement proches, mais ne se superposent pas. Nous mettons ainsi bien en évidence l'effet de la méthode de dépouillement choisie, puisque ce résultat peut directement influencer la vitesse de glissement en branche II. Si nous comparons ces courbes avec celles obtenues sur le mélange A, avec un dépouillement de Mooney, nous relevons également des différences. Il semblerait que ce soit le dépouillement de Geiger qui donne une courbe de contrainte sans glissement la plus proche de celle obtenue sur le mélange A. Nous montrons ainsi que nos deux mélanges A et B, issus de la même base, ont une rhéologie de volume très proche, mais pas exactement identique.

Dans un second temps, nous comparons les vitesses de glissement obtenues sur le mélange B pour chacun des deux dépouillements effectués, respectivement Wiegrefe et Geiger, (Figure I.90 et Tableau I.9).

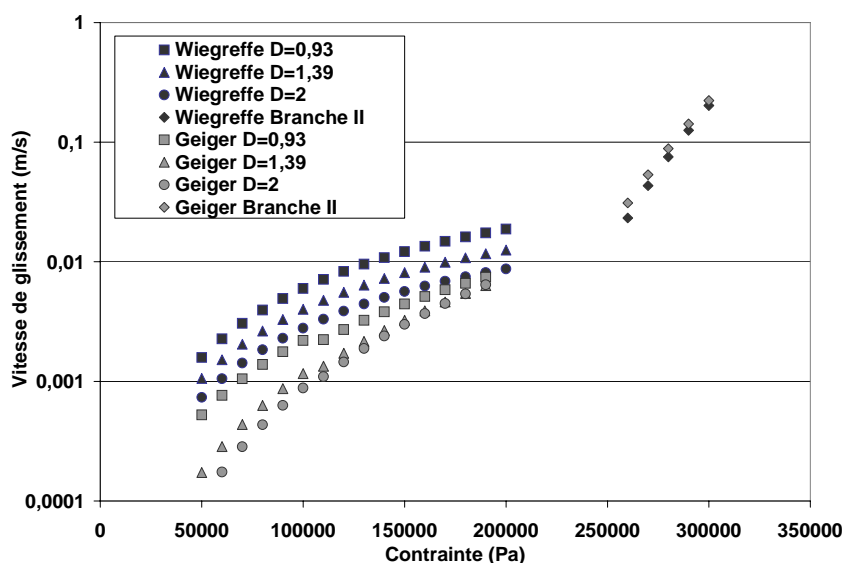


Figure I.90 : Comparaison des méthodes de dépouillement pour les vitesses de glissement branche I et branche II

Nous observons que quel que soit le diamètre de la filière, la vitesse de glissement en branche I est toujours supérieure pour le dépouillement de Wiegrefe à celle du dépouillement de Geiger. Nous trouvons des vitesses de glissement analogues en branche II. Cela nous apparaît tout à fait normal puisque comme nous l'avons montré précédemment, chacun des dépouillements nous donne des rhéologies de volume (sans glissement) proches entre elles (malgré des incertitudes).

Les paramètres des lois sont, quels que soient la méthode et le diamètre, compris entre 0.3 et 0.6 pour p et 7 et 18 pour α . Ces résultats ne sont pas trop différents de ceux que l'on peut trouver dans la littérature (Tableau I.10).

Tableau I.9 : Paramètres des lois de glissement branche I

Diamètre (mm)	Dépouillement par la méthode de Wiegrefe		Dépouillement par la méthode de Geiger	
	α	p	α	p
0.93	11.90	0.56	6.46	0.32
1.39	14.91	0.56	8.56	0.38
2	18.27	0.56	16.11	0.51

Tableau I.10 : Valeurs des paramètres des lois de glissement pour divers élastomères de la littérature

Mélange	α	p	Auteur
NR	20	0.52	[18]
EDPM	3	0.18	[31]
SBR	5.88-9.85	0.21	[67]

Enfin nous comparons les vitesses de glissement obtenues sur le mélange A et le mélange B (Figure I.91).

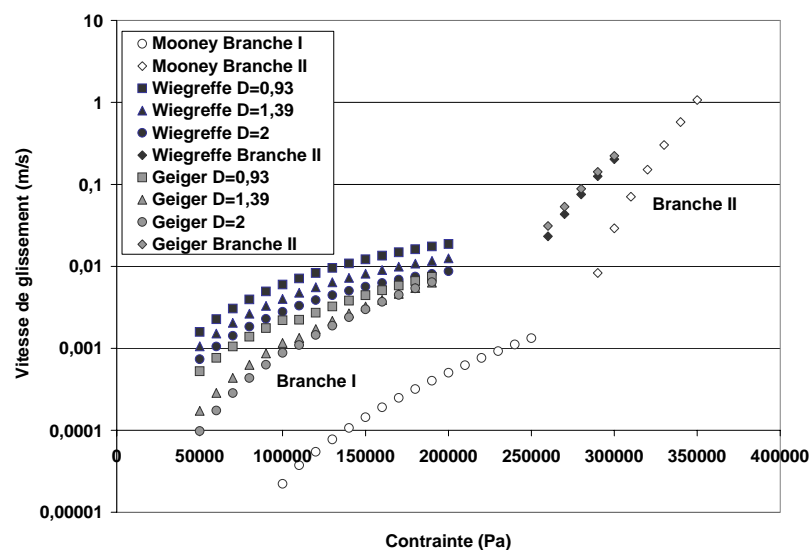


Figure I.91 : Comparaison des vitesses de glissement Mélange A et mélange B

Les deux mélanges ont un comportement identique, du type branche I-branche II. Cela est dû à la structure même du polymère. En effet, comme nous l'avons déjà mentionné, d'autres auteurs ont mis en évidence ce type de phénomène pour les mélanges d'EPDM. Le glissement est plus important en branche II.

Cependant, l'ajout de stéarate de zinc, pour le mélange B montre comment cet additif influe sur le glissement. Nous voyons qu'il y a un facteur 10 entre les vitesses de glissement des deux mélanges pour une contrainte donnée. L'effet de cet ajout est donc non négligeable, puisque l'on passe d'un mélange dont on peut considérer raisonnablement qu'il glisse peu (mélange A) à un mélange (B) qui glisse à des vitesses de l'ordre du centimètre par seconde, même à contrainte modérée.

III.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé deux mélanges d'élastomères. Il est important de préciser que les deux mélanges sont très proches. En effet, ils ont les mêmes ingrédients, excepté que nous avons simplement rajouté du stéarate de zinc à l'un des deux de manière à rendre ce dernier plus glissant. Nous avons pu montrer que ces deux mélanges glissaient, contrairement à nos attentes, et qu'effectivement, l'un glissait plus que l'autre.

Sur le plan rhéologique, nous avons utilisé différents dispositifs de caractérisation rhéologique dont nous disposions afin d'établir une loi de comportement des mélanges. Nous décrirons le comportement rhéologique du mélange A par une loi puissance définie ainsi :

$$\eta = K_0 \exp\left(\frac{E}{R}\right) \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right) \dot{\gamma}^{m-1}$$

$$\begin{aligned} \text{Avec} \quad K_0 &= 150000 \text{ Pa.s}^m & \frac{E}{R} &= 757 \text{ }^\circ\text{K} \\ m &= 0.11 & T_0 &= 353 \text{ }^\circ\text{K} \end{aligned}$$

Les courbes de contrainte présentent une rupture de pente et deux zones distinctes : une première où les courbes ne se superposent pas bien et une autre où la superposition est bien meilleure. Nous définissons ainsi une contrainte critique d'environ 0.28 Mpa, qui sépare ces deux zones. Nous avons dû faire un choix important d'interprétation. En effet, soit nous nous plaçons dans un cas d'écoulement discontinu à deux branches, comme les polymères linéaires, soit nous considérons que la vitesse de glissement augmente toujours avec la même loi, la superposition des courbes de contrainte s'expliquant par les rôles relatifs des vitesses de glissement et d'écoulement. Suite à nos propres observations (rupture de pente présente sur les courbes d'écoulement des filières de longueur X, mais pas sur celle de longueur nulle, Importance de la thermodépendance sur une branche (I) et pas sur l'autre, mesure sur un autre mélange proche du notre qui faisait apparaître nettement une zone de transition), et à celles de la littérature, nous avons opté pour un dépouillement en branche I-branche II.

Le dépouillement du glissement n'a pas été possible de manière classique sur le mélange B, par l'utilisation de la méthode de Mooney. Nous avons alors effectué différents dépouillements où la vitesse de glissement dépend d'autres paramètres que la contrainte de cisaillement à la paroi. Si les méthodes de Wiegrefe et Geiger ont l'avantage de faire intervenir la géométrie d'écoulement, elles restent très restrictives dans la forme de dépendance entre la vitesse de glissement et les dimensions de la filière rhéométrique. Elles semblent par conséquent peu généralisables et les résultats obtenus doivent être considérés avec prudence.

Cependant, nous pouvons exprimer une loi de glissement pour chacune des deux branches, pour chacun des deux mélanges. Les résultats de la méthode de Wiegrefe ont été préférés

puisqu'ils permettent l'établissement d'une loi globale en accord avec la littérature et une utilisation plus aisée (p est constant). De plus, contrairement à la méthode de Geiger, la méthode de Wiegrefe peut trouver une justification physique. Ce qui est important de retenir, se sont les ordres de grandeurs des vitesses de glissement, faibles en branche I et élevées en branche II. Ainsi on définit :

$$\tau_p = \alpha K V_g^p \quad \text{et} \quad \alpha = a.X^b \quad \text{Equation I.67}$$

		α	p
Mélange A	Branche I	7.5	0.23
	Branche II	2.31	0.04
Mélange B	Branche I	a=590 b=0.56	0.56
	Branche II	2.21	0.06

Bibliographie

- [1] J. F. Agassant, P. Avenas, J. P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, "La mise en forme de matières plastiques", Lavoisier Tec&Doc (1996)
- [2] E. B. Bagley, "End corrections in the capillary flow of polyethylene", J. Appl. Phys., 28, 624-627 (1957)
- [3] J. Baranger K. Najib, "Analyse numérique des écoulements quasi-newtoniens dont la viscosité obéit à la loi puissance ou la loi de Carreau", Numerische Mathematik, 35, 58 (1990)
- [4] S. Batkam, "Thermique multidomaines en simulation numérique du remplissage 3D", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2002)
- [5] N. Bennani, B. Vergnes, C. Guichard, "Extrusion du caoutchouc avec une vis à deux étages", Caoutch. Plast. 671, 103 (1987)
- [6] N. Bennani, "Etude expérimentale et théorique de l'extrusion des mélanges de caoutchoucs", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1987)
- [7] D. I. Bigio, J.D. Boyd, L. Erwin, D.W. Gailus, "Mixing studies in the single screw extruder", Polym. Eng. Sci., 25, 305-310 (1985)
- [8] E. Bigot, "Simulation tridimensionnelle du remplissage de corps mince par injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [9] M. F. Boube, A. Lamy, P. Olivier, "Caractérisation rhéologique appliquée à la modélisation de l'écoulement du caoutchouc lors de sa transformation", Cahiers Rhéol., 14, 97-106 (1995)
- [10] A. K. Bhowmick, M.M. Hall, H.A. Benarey, "Rubber products manufacturing technology", Marcel Dekker, New York, (1994).
- [11] F. Brezzi, M. Fortin, "Mixed and hybrid finite elements methods", Springer Verlag, New York (1991)
- [12] R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Experimental study of the flow characteristics of rubber compounds in extruder screws", Rubber Chem. Tech. 59, 634-650 (1986)
- [13] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, "Experimental and theoretical study of the flow characteristics of rubber compounds in an extruder screw", Inter. Polym. Proc. 3, 130-136 (1987)

- [14] J.C. Chauffoureaux, C. Dehennau , J. Van Rijckevorsel, "Flow and thermal stability of rigid PVC", J. Rheo., 23, 1-24 (1979)
- [15] C.I. Chung, "On the scale up of plasticating extruder screws", Polym. Eng. Sci., 9, 626-632 (1984)
- [16] J. Cizeron, P. Jay, N. El Kissi, J. M. Piau, "Simulation numérique de l'extrusion de fluides visqueux avec glissement à la paroi", Cahiers Rhéol., 14, 555-565 (1995)
- [17] J. M. Dillon, "A simplified extrusion plastometer for unvulcanised rubber", Rubber Chem. Tech. 9, 496-501 (1936)
- [18] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, "Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel", Rhéologie, 2002
- [19] T. Dobbie, D. J. Fleming, J. Busby, "Wall slip : Measuring and flow modeling for processing" Rapra Conference Proceedings, Schremsbury, Rapra Technology Ltd, Shawbury, Shrewsbury, UK, October, 11, 1-6 (1998)
- [20] D. Dospisil, P. Saha, J. Spacek, "Flow behaviour of rubber compounds in extruders", Plast. Rubber Comp. Proc. Appl., 25, 406-410 (1996)
- [21] N. El Kissi, J. M. Piau, "Ecoulement de fluides polymères enchevêtrés dans un capillaire. Modélisation du glissement macroscopique à la paroi", C.R. Acad. Sci. Paris serie 2, 309, 7-9 (1989)
- [22] S. Ertong et P. Schümmer, "Rheological measurements of unvulcanized rubber compounds using a modified Weissenberg rheometer", Xth International Congress on Rheology, Sydney, 1988
- [23] M. Esseghir, V. A. Sernas, SPE ANTEC Techn. Paper, 37, 54-57 (1991)
- [24] E. Felder, "Le contact Métal-Outil en Mise en Forme des Métaux, Frottement, Lubrification, Etat de Surface, Usure", Tome II, Séminaire Mai 1989, Sophia Antipolis France, (1989)
- [25] M. Fortin R. Glowinski, "Méthode de lagrangien augmenté : application à la résolution numérique de problèmes aux limites", collection Méthodes Mathématiques de l'informatique, Dunod (1982)
- [26] M.Fortin, A. Fortin "Experiments with several elements for viscous incompressible flows " Int. J. Num. meth. in fluids, 5, 911-928, (1985)
- [27] K. Funatsu, M. Sato, Advances in Rheology, UNAM Press, Mexico, 465 (1984)
- [28] W. Gleißle, Ph D. Thesis, TH Karlsruhe, Allemagne (1969)
- [29] K. Geiger, "Rheologische charakterisierung von EPDM-kautschukmischungen mittels Kapillarrheometer-systemen", Kautschuk Gummi Kunst., 42, 273-283 (1989)

- [30] J.F. Gobeau, "Etude expérimentale et simulation numérique 3D par éléments finis de l'écoulement dans les filières d'extrusion de profilés PVC", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1996)
- [31] S. d'Halewyn, "Etude de l'écoulement d'un mélange d'élastomère dans une filière de profilé", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1992)
- [32] T. J. R Hughes, W. K. Liu, A. Brooks, "Finite analysis of incompressible viscous flows by the penalty function formulation", J. Computational Physics, 30, 1-60 1979.
- [33] C. Jepsen, N. Rabiger, "Untersuchungen zum Wandgleitverhalten von kautschukmischungen an einem hochdruck Kapillar Viscosimeter", Kautschuk Gummi Kunsts., 41, 342-352 (1988)
- [34] Z. Ji, A. D. Gotsis, "Numerical study of slip at the walls in the extruder", Intern. Polym. Proc. 7, 132-139 (1992)
- [35] Y.M. Joshi, P.S. Tapadia, A.K. Lele, R.A. Mashelkar "Temperature dependance of critical stress for wall slip by debonding", J. Non Newt. Fluid Mech., 94, 151-157 (2000)
- [36] R. C. Kanu, M. T. Shaw, "Rheology of polymer blends : simultaneous slippage and entrance pressure loss in the ethylene propylene diene (EPDM)/viton system", Polym. Eng. Sci., 22, 507-511 (1982)
- [37] S. Karam, "Modélisation de l'injection des élastomères chargés : Approche expérimentale et théorique", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1995)
- [38] S. Karam, M. Vincent, Y. De Zelicourt, "Injection moulding of rubber compounds", Intern. Polym. Proc. 13, 209-217 (1998)
- [39] S. J. Kim, T. H. Kwon, "Development of numerical simulation methods and analysis of extrusion processes of particle filled plastic materials subject to slip at the wall", Powder Tech., 85, 227-239 (1995)
- [40] S. J. Kim, T. H. Kwon, "A simple approach to determining three dimensional screw characteristics in the metering zone of extrusion processes using a total shape factor", Polym. Eng. Sci., 35, 274-283 (1995)
- [41] W. Knappe, E. Krumböck, "Slip flow of non plasticized PVC compound", Rheol. Acta, 25, 296-307 (1986)
- [42] K. Kubota, R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Comparison of screw extrusion of rubber compounds with different extruder/screw combinations", Rubber Chem. Tech. 60, 924-944 (1987)
- [43] B. Lanteri, "Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère céramique destiné à l'injection", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, France (1993)

- [44] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion "Rheological behavior of polymer ceramic blend used for injection moulding", J. Mat. Sci. 31, 1751-1756 (1996)
- [45] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Single screw extrusion of viscoplastic fluids subject to different slip coefficient at screw and barrel surface", Polym. Eng. Sci., 34, 1471-1479 (1994)
- [46] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Nonisothermal extrusion flow of viscoplastic fluids with wall slip", Int. J. Heat Mass Transf. 40, 3883-3897 (1997)
- [47] J.L. Leblanc, "Modern Approches to Rubber Processing Problems", Kautschuk Gummi Kunst., 43, 883 (1990)
- [48] J.L. Leblanc, "Pertinent rubber extrusion experiments with an instrumented extruder", J. Elast. Plast., 22, 97-115 (1990)
- [49] J.L. Leblanc, "Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères", Ed Artel, Namur, Belgique, (1996)
- [50] J. P. Lehnen, "Die Vererbeitung von kaltgefütterten Kautschukmischungen auf einschnecken Extruden", Kunststofftechnik, 9, 197-204 (1970)
- [51] C.-Y. Ma, J.L. White, F. C. Weissert, A. I. Isayev, N. Nakajima, K. Min, "Flow patterns in elastomers and their carbon black compounds during extrusion through dies", Rubber Chem. Tech., 58, 815-829 (1985)
- [52] W. C. Mac Sporrán, "Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry", J. Rheol. 30, 125-132 (1986)
- [53] A. Magnin, J.M. Piau, "Cone and plate rheometry of yield stress fluids : study of an aqueous gel", J. Non Newt. Fluid Mech., 36, 85-108 (1990)
- [54] M. G. Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, J. G. Matisons, N. K. Dutta, K. Bhattacharya, "Rheological behavior of highly filled ethlene propylene diene rubber compounds", Polym. Eng. Sci., 40, 1065-1073 (2000)
- [55] B. Marzetti, "Plastimeter for crude rubber", India Rubber World, 68, 776 (1923)
- [56] H. E. H. Meijer, C.P.J.M. Verbraak, "Modeling of extrusion with slip boundary conditions", Polym. Eng. Sci. 28, 758-772 (1998)
- [57] G. Menges, J. P. Lehnen, "Gummiverarbeitung auf einschnecken Extrudern", Plastverarbeiter 20, 31-39 (1969)
- [58] A. Mezry, "Loi de glissement de caoutchoucs crus" Thèse 'génie des procédés' INPG, Grenoble (1995)
- [59] S. Middleman, "Flow of power law fluids in rectangular ducts", Trans. Soc. Rheol. 9, 83-93, (1965)

- [60] K. Min, J. L. White, "Flow visualisation investigations of the addition of carbon black and oil to elastomers in an internal mixer", *Rubb. Chem. Tech.*, 60, 361-380 (1987)
- [61] S. Montes, J. L. White, N. Nakajima, "Rheological behavior of rubber carbon black compounds in various shear histories", *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 28, 183-212, (1988)
- [62] M. Mooney, "Explicit formulas for slip and fluidity", *J. Rheol.*, 2, 210-222 (1931)
- [63] M. Mooney, "A shearing disk plastometer for unvulcanized rubber", *Ind. Ing. Chem. Anal. Ed.*, 6, 147-151 (1934)
- [64] M. Mooney, "The rhéology of raw rubber", *Physics*, 7, 413-420 (1936)
- [65] M. Mooney, "The rheology of processing quality of raw rubbers", *J. Coll. Sci.* 7, 69-80 (1947)
- [66] M. Mooney, "Measurement of flow and slip velocity with the shearing disk viscometer", *Proc. Int. Rubber Conf.*, Washington, 368 (1959)
- [67] P. Mourniac, J. F. Agassant, B. Vergnes, "Determination of the wall slip velocity in the flow of a SBR compound", *Rheol. Acta*, 31, 565-574 (1992)
- [68] P. Mourniac, "Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1991)
- [69] T. C. Papanastasion, "Flows of materials with yield", *J. Rheol.*, 31, 385-404 (1987)
- [70] E. Pichelin, "Calcul par éléments finis du remplissage 3D pour fluides viscoélastique : application à l'injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1998)
- [71] C. H. Piper, J. R. Scott, "Rubber plastimeter with uniform rate of shear, shearing-conplastimeter", *J. Sci. Instrum.*, 22, 206-210 (1945)
- [72] O. Pironneau, "Méthodes des éléments finis pour les fluides", collection Recherches en mathématiques appliquées, Masson, paris (1993)
- [73] H. Potente, H. Lappe, A. Fornefeld, "Verweilzeit bei Einschnucken-extrudern: Wie sich der messtechnische Aufwand in Grenzen hält. "Plastverarbeiter" 35, 31-33, (1984)
- [74] H. Potente, V. Schöppner, A. Ujma, "Successful simulation of wall slipping plastics", *J. Polym. Eng.*, 17, 153-170 (1997)
- [75] H. Potente, H. Ridder, "Description of the pressure/throughput behavior of a single screw plasticising unit in consideration of wall slippage effects", PPS-17 Proceedings, Montreal, Canada (2001)

- [76] H. Potente, M. Kurte, H. Ridder, "Influence of non newtonian behaviour on the processing characteristics at wall slipping materials", PPS-18 Proceedings, Guimaares, Portugal (2002)
- [77] C. Rauwendaal, "Polymer extrusion", Hanser, Munich (1985)
- [78] L. Robert, "Instabilité oscillante de polyéthylènes linéaires : observations et interprétations", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [79] J. Salençon, "Mécanique des milieux continus ", Ellipses, Paris (1988)
- [80] G. Schenkel, "Zur Extrusion von Kunststoffen aus rechteck Kanälen", Kunststoffe, 71, 479-484 (1981)
- [81] M. Sobhanie, A. I. Isayev, "Viscoelastic simulation of flow of rubber compounds", Rubber. Chem. Tech., 62, 939-956 (1988)
- [82] E. Tadmor, I. Klein, "Engineering Principles of plasticating Extrusion", Van Nostrand Reinhold, New York (1970)
- [83] F. Thomasset, "Implémentation of finite element method for Navier Stokes equations ", Springer series in computationnal physics, Springer Verlag, New-York, 148-159 (1981)
- [84] D. M. Turner, M. D. Moore, "The contribution of wall slip in the flow of rubber", Plast. Rubber Proc., 5, 81-84 (1980)
- [85] E. Uhland, "Modell zur beschreibung des Fliessens wandgleitender Substanzen durch dusen", Rheol. Acta, 15, 30-39 (1976)
- [86] E. Uhland, "Das anomale Fliesverhalten von Polyäthylen hoher Dichte", Rheol. Acta, 18, 1-24 (1979)
- [87] B. Vergnes, N. Bennani, C. Guichard, "Experimental and theoretical approach to the extrusion of rubber compounds with a two stage screw", Inter. Polymer Processing 1, 19-24 (1986)
- [88] B. Vergnes, S. d'Halewyn, M. F. Boube, "Wall slip and instabilities in the flow of EPDM compounds", "theoretical and applied rheology", P. Moldenaers and R. Keunings Eds., Elsevier, Amsterdam, 1, 399-401 (1992)
- [89] S. Wiegrefe, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von EPDM und SBR", Kautschuk Gummi Kunst., 44, 216-221 (1991)
- [90] J.P. Villemare, "Etude d'un rhéomètre à pré-cisaillement : le Rhéoplast. Application à la mesure du comportement visqueux", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1993)
- [91] R. A. Weiss H. Stamato, "Development of an Ionomer Tracer for Extruder Residence Time Distribution Experiments", Polym. Eng. Sci., 29, 134-139 (1989)

- [92] J.L. White, K. Min, C.Y. Ma, R. Brzoskowski, "Basic studies of flow visualisation of processing of elastomers and their compounds : internal mixer and extrusion", J. Polym. Eng., 6, 79-93 (1986)
- [93] J.L. White, D. Huang, "Extrudate swell and extrusion pressure loss of polymer melt flowing through rectangular and trapezoidale dies", Polym. Eng. Sci., 21, 1101-1107 (1981)
- [94] J.L. White, "Rubber Processing, Technology, Materials, Principles", Hanser, Munich (1995)
- [95] J.L. White, H. Han, N. Nakajima, R Brzoskowski, "The influence of materials of construction on biconical rotor and capillary measurements of shear viscosity of rubber and its compounds and considerations of slippage", J. Rheol, 35, 167-189 (1991)
- [96] J.L. White, Y. Wang, A. I. Isayev, N. Nakajima, F. C. Weissert, K. Min, "Modeling of shear viscosity behavior and extrusion through dies for rubber compond", Rubber Chem. Techn. 60, 337-360 (1987)
- [97] W. E Wolstenholme, "Polymer flow behavior from multispeed viscometry", Rubber Chem. Tech., 38, 769-781 (1965)
- [98] A.C-Y Wong J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Dynamic performance of single screw of different configurations", Intern. Polym. Proc., 14, 35-43 (1999)
- [99] A.C-Y Wong, J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Visualization studies on the comparison of mixing characteristics of single screws having different mixing elements", Adv. Polym. Tech., 19, 1-13 (2000)
- [100] Institut national de formation et d'enseignement professionnel du caoutchouc "Synthèse, propriétés et technologie des élastomères", IFOCA, Paris (1984)

CHAPITRE II

EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES

CHAPITRE II

EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES

I. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE : EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES.....	91
I.1. INTRODUCTION.....	91
I.2. DESCRIPTION GLOBALE DE L'ECOULEMENT DANS LES VIS D'EXTRUDEUSE	92
I.2.1. <i>Extrudeuse monovis simple étage</i>	92
I.2.1.1. Le remplissage de la vis	92
I.2.1.2. Les modes d'alimentation en jeu.....	94
I.2.2. <i>Extrudeuse monovis double étage, dégazeuse</i>	96
I.3. DESCRIPTION DES ECOULEMENTS ET DU MELANGEAGE DANS LES VIS D'EXTRUDEUSE	100
I.4. CONCLUSION	107
II. ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EXTRUSION DES MELANGES	109
II.1. INTRODUCTION	109
II.2. PRESENTATION DU MATERIEL UTILISE	109
II.2.1. <i>L'extrudeuse Troester</i>	109
II.2.1.1. La machine	109
II.2.1.2. Les vis.....	111
II.2.1.3. Les filières	114
II.2.2. <i>L'extrudeuse Collin</i>	115
II.2.2.1. La machine	115
II.2.2.2. Les vis.....	116
II.2.2.2.1. La Vis 1	116
II.2.2.2.2. La Vis 2	116
II.2.2.2.3. Les vis modulaires.....	117
II.2.2.3. La filière	120
II.2.3. <i>Les paramètres mesurés</i>	120
II.2.3.1. La mesure des paramètres expérimentaux	120
II.2.3.2. Remarques sur les mesures de pression	122
II.2.3.3. Mesure de la distribution de temps de séjour (DTS).....	125
II.2.4. <i>Formulaire</i>	129
II.2.4.1. Calcul en filière	129
II.2.4.2. Calcul dans la zone de pompage de la vis.....	130
II.3. COMMENT FONCTIONNE UNE EXTRUDEUSE A CAOUTCHOUC	130
II.3.1. <i>Influence du galet bourreur</i>	131
II.3.1.1. Le débit.....	131
II.3.1.2. Les pressions.....	132
II.3.1.3. Le remplissage de la vis.....	133
II.3.1.4. Conclusion.....	134
II.3.2. <i>Influence de la vitesse de rotation de la vis</i>	134
II.3.2.1. Le débit.....	134
II.3.2.2. La température.....	135
II.3.2.3. Les pressions.....	136
II.3.2.4. La puissance et l'énergie spécifique	138
II.3.2.5. Temps de séjour.....	139
II.3.2.6. Conclusion.....	140
II.3.3. <i>Influence de la température de régulation de la vis</i>	140
II.3.3.1. Le débit.....	141
II.3.3.2. La température.....	141
II.3.3.3. Les pressions.....	142
II.3.3.4. La puissance et l'énergie spécifique	142
II.3.3.5. Conclusion.....	143
II.3.4. <i>Influence de la température de régulation du fourreau</i>	143
II.3.4.1. Le débit.....	143
II.3.4.2. La température.....	143
II.3.4.3. Les pressions.....	145
II.3.4.4. La puissance et l'énergie spécifique	146
II.3.4.5. Conclusion.....	146
II.4. COMPARAISON DES MELANGES A ET B	146

II.4.1. Le débit.....	147
II.4.2. La température.....	147
II.4.3. Les pressions.....	147
II.4.4. La puissance et l'énergie spécifique.....	148
II.4.5. Conclusion.....	149
II.5. COMPARAISON DES PROFILS DE VIS.....	149
II.5.1. Comparaison des vis de laboratoire.....	149
II.5.1.1. Influence du galet bourreur.....	149
II.5.1.2. Influence de la vitesse de la vis.....	150
II.5.1.2.1. Le débit.....	150
II.5.1.2.2. La température.....	151
II.5.1.2.3. Les pressions.....	152
II.5.1.2.4. La puissance.....	153
II.5.1.2.5. L'énergie spécifique.....	153
II.5.1.3. Conclusion.....	154
II.5.2. Comparaison des vis industrielles.....	154
II.5.2.1. Le débit.....	154
II.5.2.2. Les pressions.....	155
II.5.2.3. La température.....	155
II.5.2.4. La puissance et l'énergie spécifique.....	156
II.5.2.5. Conclusion.....	156
II.5.3. Comparaison des vis industrielles/laboratoires.....	157
II.5.3.1. Comparaison qualitative.....	157
II.5.3.2. Comparaison quantitative.....	159
II.6. CONCLUSION.....	164

I. Synthèse bibliographique : Extrusion des mélanges d'élastomères

I.1. Introduction

La Figure II.1 ci-dessous montre une extrudeuse monovis pour thermoplastiques. Elle met en évidence trois zones, résultats de l'observation de l'état du polymère dans la machine en régime permanent. La **zone d'alimentation**, où le polymère est sous forme solide. La profondeur du canal y est constante. La **zone de plastification**, où il y a fusion du polymère : le polymère encore solide coexiste avec le polymère déjà fondu. En général, dans cette zone, la profondeur du canal diminue progressivement. Enfin, la **zone de pompage** où le polymère est complètement fondu. La profondeur du canal est de nouveau constante, mais plus faible qu'en alimentation. La profondeur du canal est de nouveau constante, mais plus faible qu'en alimentation.

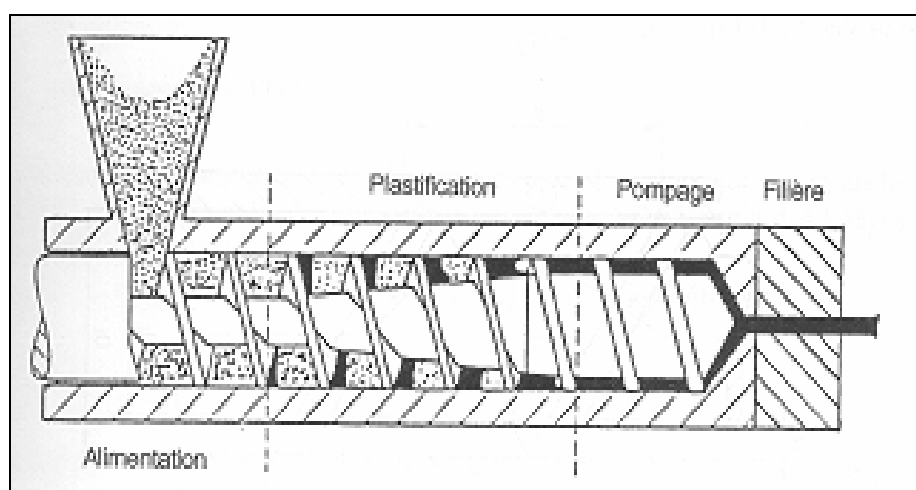


Figure II.1: Ecoulement d'un polymère thermoplastique dans une extrudeuse monovis [1]

Comme le caoutchouc ne subit pas de changement de phase pendant l'extrusion, l'état de la matière dans une extrudeuse peut être assimilé à celui du polymère dans la zone de pompage où il est complètement fondu.

Ces dernières années, différents travaux ont été publiés concernant l'extrusion et l'écoulement des mélanges de caoutchoucs [49] [94]. C'est ce que nous allons voir dans les paragraphes suivants. Nous dégagerons tout d'abord une description globale de l'écoulement, aussi bien dans des extrudeuses monovis simple que double étage. Puis nous ferons une analyse plus précise sur les écoulements dans les vis d'extrudeuse.

A l'exception des travaux pionniers de Menges et Lehnen [57], les mécanismes d'écoulement dans les extrudeuses à caoutchoucs n'ont que récemment fait l'objet d'observations. Les études de Bennani et al. [5], [6], [87], Brzowski et al. [12], [95] et Kubota et al. [42], [13] ont révélé des éléments importants concernant l'état de remplissage des vis pour caoutchouc et leur mode de fonctionnement. Les diverses extrudeuses utilisées par ces auteurs seront décrites ultérieurement, depuis la simple vis mono-étage à pas et profondeur constante de Bennani jusqu'à la machine à deux étages à plusieurs pas de Brzowski et al. Il faut noter que la plupart de ces machines avaient un système d'alimentation directe, sans galet bourreur, à l'exception de celle de Kubota et al. [42] qui disposait d'une alimentation forcée, mais déconnectée pour la plupart des expériences.

I.2. Description globale de l'écoulement dans les vis d'extrudeuse

I.2.1. Extrudeuse monovis simple étage

I.2.1.1. Le remplissage de la vis

❖ Kubota et al. [42] ont étudié l'extrusion monovis de caoutchouc en comparant des profils de vis différents. Leur étude s'est portée sur l'écoulement de deux mélanges de caoutchoucs, à base respectivement de NR et de SBR/BR. Pour ce faire, ils ont utilisé trois vis et trois extrudeuses différentes. La Figure II.2 montre les vis utilisées que l'on peut définir ainsi : La vis A est longue, avec un rapport L/D de 20, un diamètre de 37,5 mm et une profondeur de chenal variant entre 5.3 et 5.8 mm. La vis B a un rapport L/D de 10, un diamètre de 44.82 mm et possède un double filet. De plus la profondeur de chenal et le pas sont constants sur toute la longueur de la vis. Enfin, la vis C utilisée normalement pour l'injection de caoutchouc, a été utilisée dans une extrudeuse. Son rapport L/D est de 12, son diamètre de 32 mm.

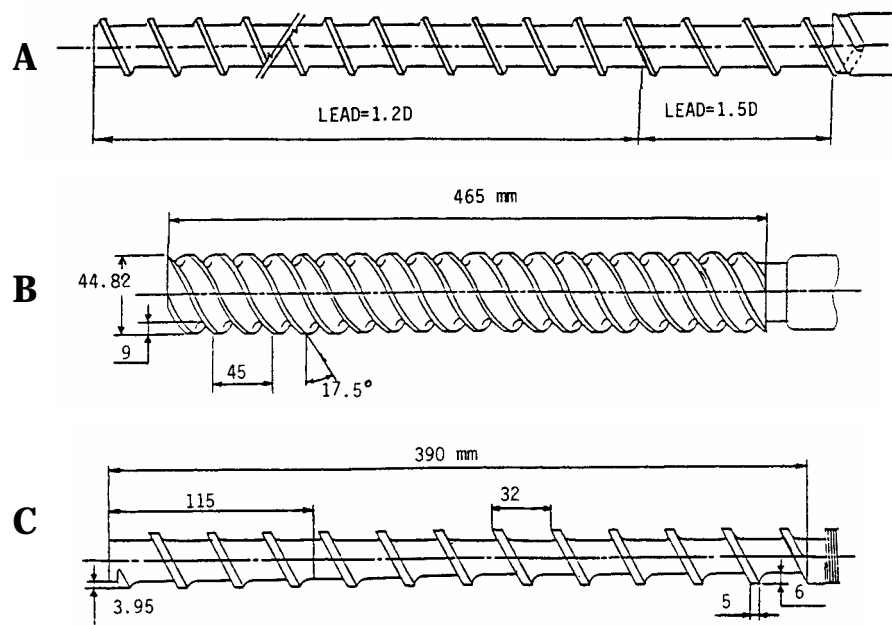


Figure II.2 : Types de vis utilisés par Kubota et al. [42],
A, Diamètre 37,5 mm, 20 L/D, vis pour extrudeuse NRM
B, Diamètre 48,82 mm, 10 L/D, vis pour extrudeuse Monsanto
C, Diamètre 32 mm, 12 L/D, vis pour presse à injecter Boy 30M

Chaque extrudeuse est alimentée à froid par des bandes de caoutchoucs.

Des démontages de vis ont permis de mettre en évidence les résultats présentés sur les figures suivantes. Toutefois, notons que le type de mélange de caoutchoucs n'a pas eu d'incidence sur ces derniers résultats : quel que soit celui utilisé, la distribution du caoutchouc le long de la vis est similaire, mais elle est différente d'une extrudeuse à l'autre.

La Figure II.3 montre le démontage de la vis A et la distribution du caoutchouc sur cette dernière après vulcanisation. On peut distinguer trois zones de remplissage différent :

- Une première zone où le remplissage est incomplet, qui s'étend de la zone d'alimentation jusqu'au point où la largeur occupée commence à croître.
- Une deuxième zone très courte, où la largeur occupée augmente pour atteindre la largeur du chenal.

- ↳ Et une troisième, s'étendant sur 2 ou 3 tours de vis, où la matière est mise en pression et où la matière occupe tout le chenal.

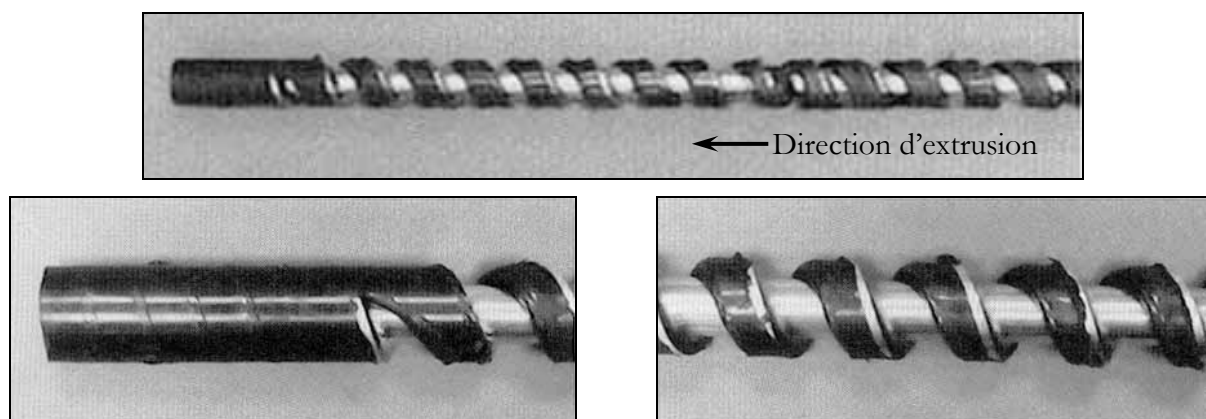


Figure II.3 : Distribution du caoutchouc le long de la vis A, [42]

❖ Bennani [5] a effectué une étude expérimentale afin de comprendre le comportement des extrudeuses alimentées à froid en utilisant deux types de vis différentes. Ces deux vis sont à doubles filets, de rapport L/D 4,7 et de diamètre 80. La différence réside dans le pas de vis. La vis 1 possède un pas constant, (Figure II.4), tandis que la vis 2 a un pas variable, (Figure II.5). Les différents essais ont été menés sur un mélange de Butyl.

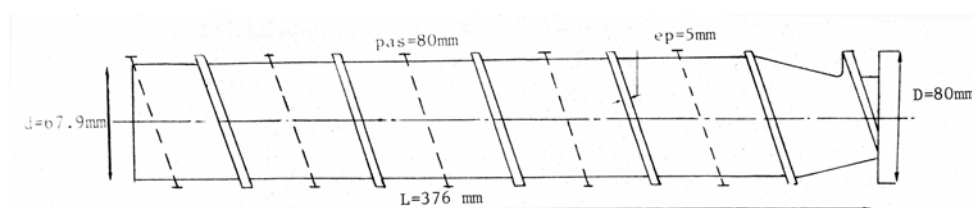


Figure II.4 : Géométrie vis n°1 utilisée par Bennani [5]

Qu'il s'agisse de la vis 1 ou de la vis 2, il est possible d'observer un remplissage complet de la vis en vulcanisant le mélange dans celles-ci pour des conditions habituelles de fonctionnement. Ce résultat obtenu sur une vis L/D de 4.7 n'est pas en accord avec ceux de Kubota et al. [42], obtenus sur une vis au L/D de 20 où le remplissage n'était pas total. Cependant les vis de rapport L/D de 10 et 12, respectivement les vis B et C de la Figure II.2, étaient totalement remplies.

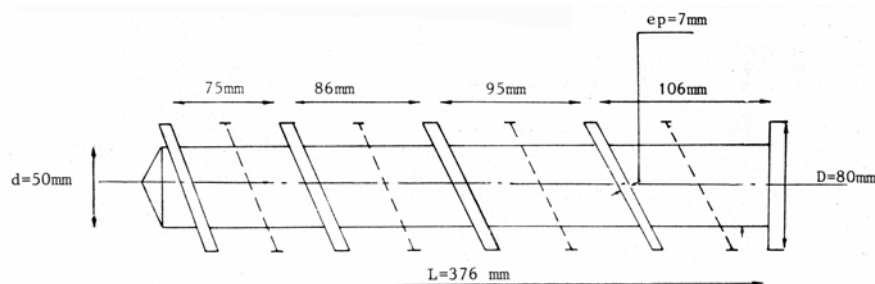


Figure II.5 : Géométrie vis n°2 utilisée par Bennani [5]

En fait, le remplissage est conditionné par le débit imposé par la zone d'alimentation et la pression en tête de vis nécessaire pour faire passer ce débit à travers la filière (seul en effet un

chenal entièrement rempli peut engendrer une mise en pression). Si la vis est longue, le remplissage nécessaire à cette mise en pression pourra être inférieur à la longueur totale de la vis et le débit sera alors le débit d'alimentation. Si la vis est courte, le remplissage pourra être complet et même influencer sur les conditions d'alimentation en limitant le débit possible de la machine.

I.2.1.2. Les modes d'alimentation en jeu

Kubota et al. [42], sur les vis B et C précédentes, (Figure II.2), ont étudié l'influence de l'alimentation : présence ou non d'un système d'alimentation, et mode d'alimentation même de l'extrudeuse.

La Figure II.6 fait apparaître la distribution du caoutchouc le long de la vis B utilisée avec et sans système d'alimentation "power feed system". Les auteurs ne fournissent pas plus de précision sur le système d'alimentation utilisé, cependant on suppose qu'il doit s'agir d'un galet bourreur. Lorsque le système d'alimentation est actif, la vis B est complètement remplie, comme le montre la Figure II.6b. Sinon, on assiste à un remplissage non régulier et partiel de la vis (Figure II.6a). Cette observation met bien en évidence le rôle primordial de l'alimentation.

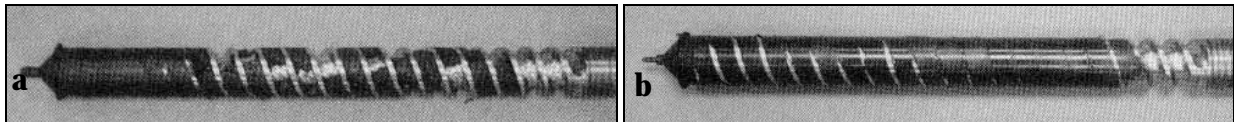


Figure II.6 : Distribution du caoutchouc le long de la vis B, [42]
a- sans système d'alimentation b- avec système d'alimentation

Alimentée par bande, l'extrudeuse munie d'un galet bourreur aura une meilleure homogénéisation de l'alimentation.

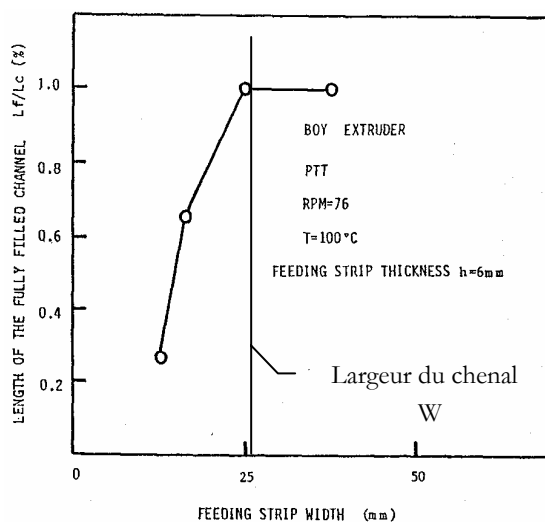


Figure II.7 : Longueur remplie de la vis C [42]

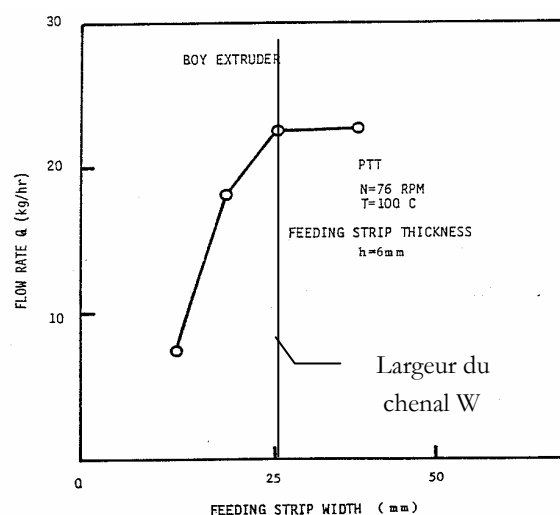


Figure II.8 : Débit en fonction de la largeur de bande d'alimentation de la vis C [42]

La longueur remplie de la vis C de Kubota et al. [42] est présentée sur la Figure II.7. Le degré de remplissage de la vis dépend des dimensions des bandes d'alimentation. En augmentant la largeur de la bande on arrive à remplir la vis totalement. On note une valeur limite de 25 mm à

partir de laquelle l'influence est nulle puisque toute la vis est remplie. Cette valeur de 25 mm est très proche de 25.5 mm qui est la largeur du chenal de la vis. En effet il n'y a pas lieu d'alimenter l'extrudeuse avec des bandes plus larges que le chenal. Ceci conforte l'hypothèse précédente qui mettait en avant l'importance du mode d'alimentation. De même, nous pouvons remarquer sur la Figure II.8 que le débit augmente avec l'accroissement de la largeur de bandes jusqu'à une certaine limite.

❖ Leblanc [47] a également mis en évidence l'effet des dimensions des bandes d'alimentation. Il a utilisé une vis simple étage (L/D de 15 et un diamètre de 45 mm) avec une section Maillefer, (Figure II.9), avec deux mélanges : un fluoro-élastomère et un EPDM.

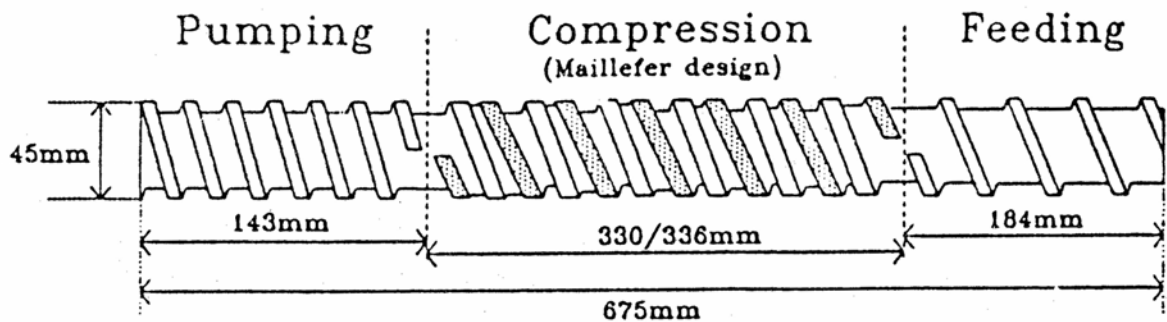


Figure II.9 : Type de vis utilisée par Leblanc [47]

L'étude de l'épaisseur des bandes d'alimentation montre bien une augmentation de la pression en tête avec l'épaisseur de la bande (Figure II.10). Ceci signifie donc bien que l'augmentation de l'épaisseur de bandes entraîne une augmentation du débit et un meilleur remplissage (traduit par une augmentation de la pression en tête). Cependant, il apparaît une valeur limite de la pression en tête. Donc au-delà d'une certaine épaisseur, il n'y a pas lieu d'aller plus loin puisqu'il n'y aura plus d'influence sur le remplissage.

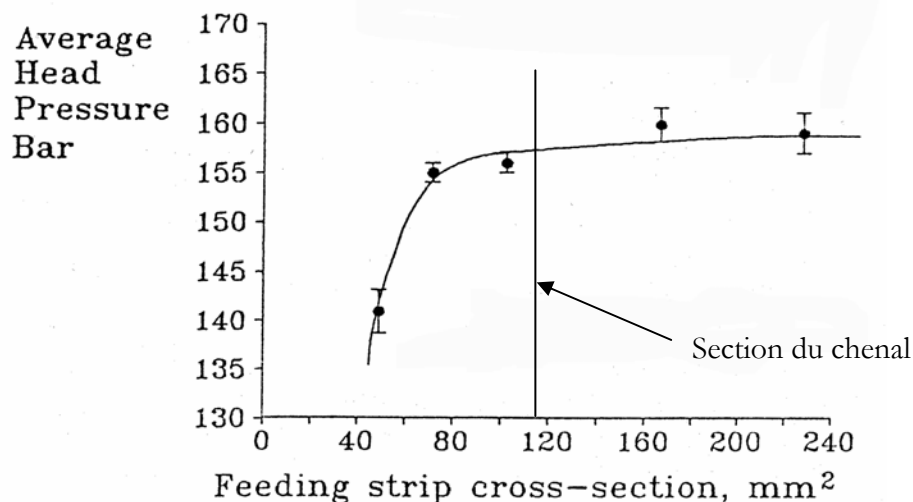


Figure II.10 : Effet de l'épaisseur des bandes sur la pression en tête, $D=2$ mm et $L/D=1$ [47]

De plus, comme le montre la Figure II.11 dans le cas des expériences avec le mélange d'EPDM, les dimensions de la bande ont une influence considérable sur la pression en tête de vis, à vitesse de rotation constante, non seulement en regard de la pression obtenue, mais également en terme de stabilité de celle-ci.

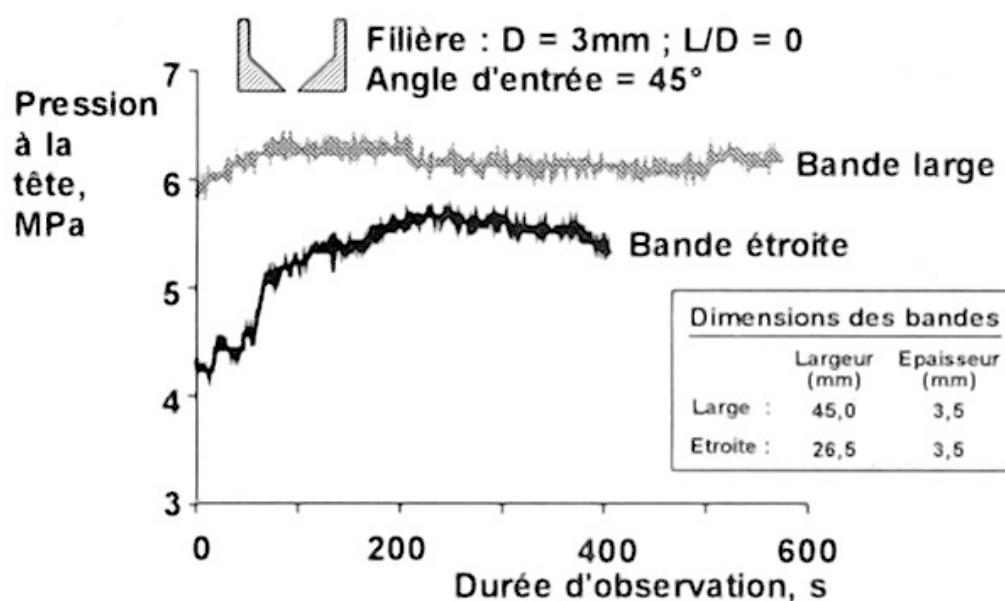


Figure II.11 : Effet des dimensions de la bande d'alimentation sur la stabilité de l'extrusion, filière $D=3\text{ mm}$ et $L/D=0$ [49]

I.2.2. Extrudeuse monovis double étage, dégazeuse

❖ Brzowski et al. [12] ont utilisés la vis A précédente de Kubota et al. [42] et ont fait une étude comparative de l'écoulement avec une vis à deux étages, dégazeuse (notée vis D) (Figure II.12). La vis D est de même diamètre que la vis A, 38 mm, et possède le même rapport L/D , 20. Un étranglement situé en amont d'une zone de dégazage divise cette vis en deux étages.

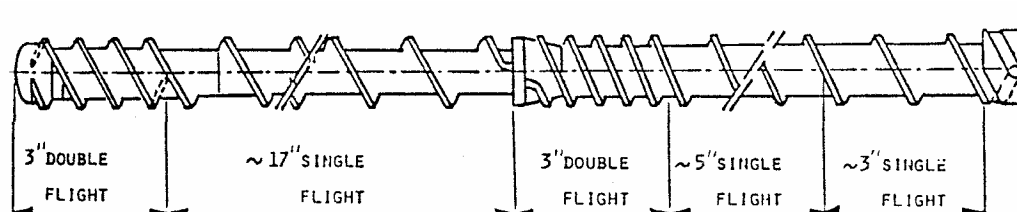


Figure II.12 : Schéma de la vis à dégazage D de Brzowski et al. [12]

Aussi bien pour le mélange NR que SBR/BR (les mêmes que dans l'étude Kubota et al. [42]), le premier étage s'est avéré complètement rempli alors que le deuxième ne l'était que sur sa partie terminale. Ceci est bien mis en évidence par les images globales de démontage de vis (Figure II.13a et Figure II.14a) où la distribution du mélange de caoutchouc le long de la vis D est montrée pour chaque mélange. L'étranglement situé en fin de première partie de la vis permet la mise en pression de la matière, de la même façon que la filière pour une vis mono-étage. La mise en pression est telle que la zone remplie est très grande, et occupe la quasi totalité du premier étage. Le deuxième étage n'est rempli que sur sa partie terminale. Il est clair qu'il faut éviter d'avoir une remontée de matière dans le puits de dégazage, d'où l'intérêt de travailler avec des vis plus longues.

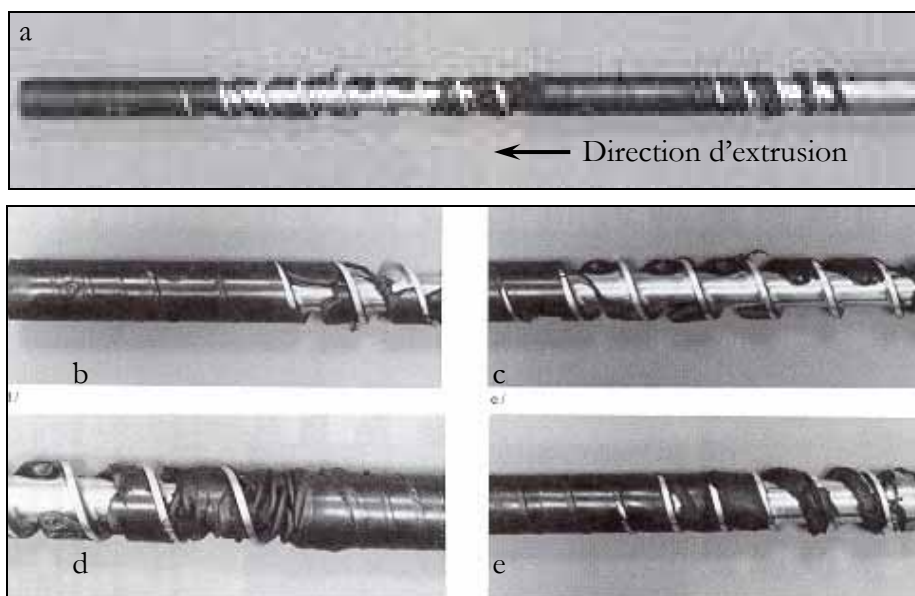


Figure II.13 : Distribution du caoutchouc (SBR/BR) le long de la vis D, Brzoskowski et al. [12]

Une différence a été observée dans l'écoulement des deux mélanges à la sortie de l'étranglement. Contrairement au mélange à base de NR, celui à base de SBR/BR s'écoule de façon discontinue dans le deuxième étage (Figure II.13c). Ce dernier se déchire à la sortie de la zone d'étranglement et s'écoule sous forme de morceaux indépendants (Figure II.15).

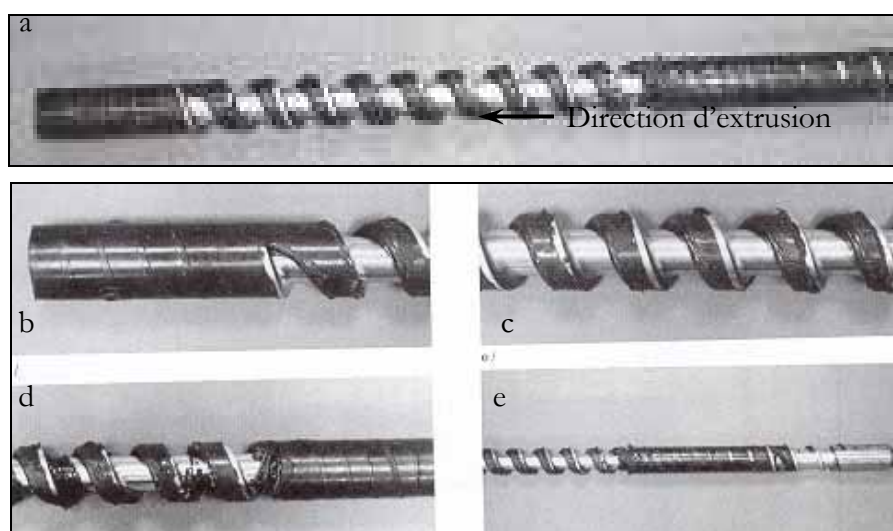


Figure II.14 : Distribution du caoutchouc (NR) le long de la vis D, Brzoskowski et al. [12]

Cet écoulement discontinu du mélange à base de SBR/BR est expliqué par sa faible résistance à l'étirement qui, à la sortie de la zone d'étranglement, provoque un déchirement sous l'effet élongationnel.

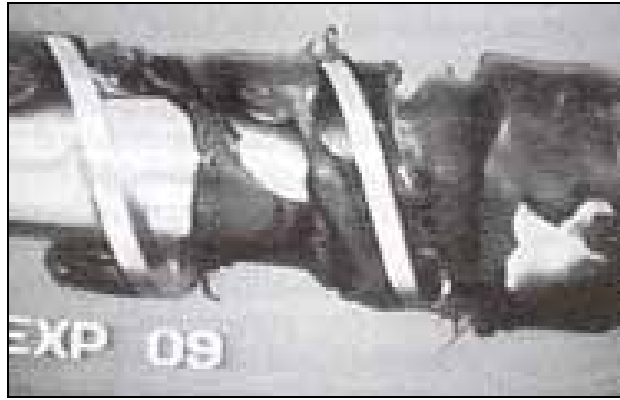


Figure II.15 : Mise en évidence du déchirement du mélange SBR/BR entre le premier et le deuxième étage Brzoskowski et al. [12]

❖ Bennani et al. [5], [6], [87] ont décrit l'écoulement dans une vis à deux étages avec dégazage de type BERSTORFF (Figure II.16). Le rapport L/D est de 16, le diamètre de 60 mm. De plus, elle possède deux filets parallèles et 8D pour chaque étage. Les différents essais ont été menés sur trois mélanges d'EPDM. Les figures suivantes permettent de mettre en avant certaines remarques.

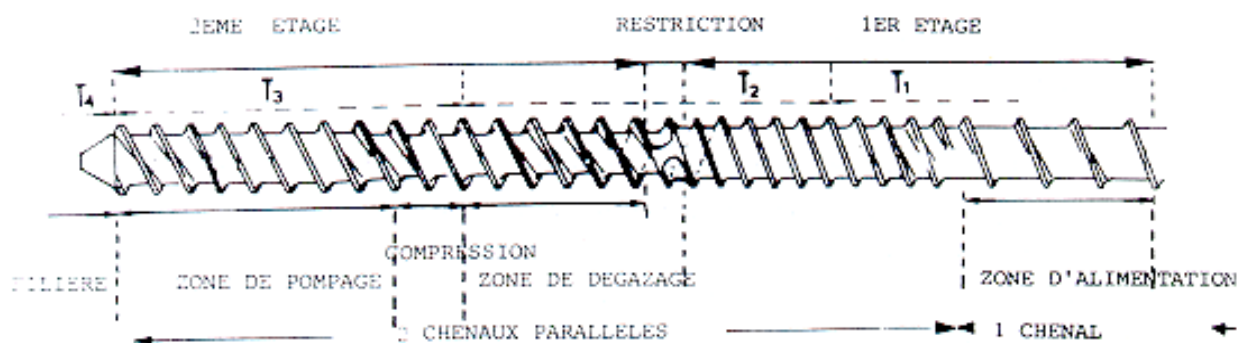


Figure II.16 : Extrudeuse BERSTORFF [6]

Le premier étage, depuis la zone d'alimentation jusqu'à l'étranglement est totalement rempli (Figure II.17), ce qui confirme bien les observations de Brzoskowski et al. [12].

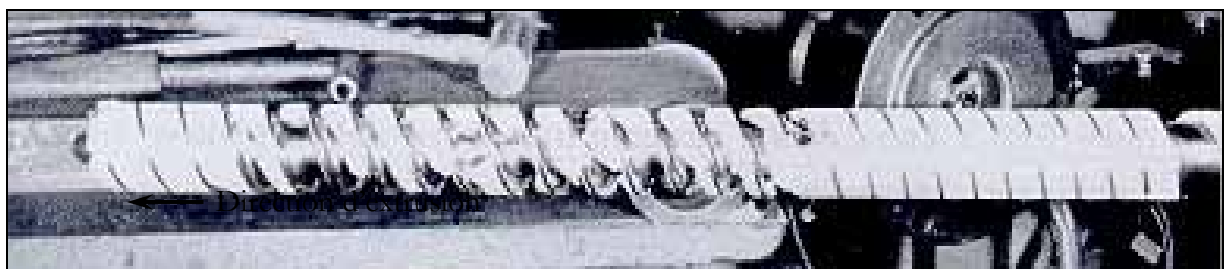


Figure II.17 : Evolution du remplissage de la vis [6]

La matière franchit l'étranglement sous forme d'un mince ruban qui vient ensuite s'accumuler dans le chenal du deuxième étage, beaucoup plus profond que le premier.

Sur une grande partie du deuxième étage, l'écoulement est discontinu et le remplissage est très partiel (Figure II.18). On retrouve ainsi le même type de comportement qu'avaient obtenu Brzoskowski et al. [12] sur un mélange à base de SBR/BR.



Figure II.18 : Ecoulement discontinu de la matière dans le deuxième étage [6]

En fin de deuxième étage, la pression créée par la filière provoque un remplissage total sur une longueur de quelques filets (Figure II.19). Le passage du remplissage partiel au remplissage total est très rapide, et se fait par un accroissement de la largeur de la matière dans le chenal.



Figure II.19 : Faible remplissage de la tête de vis [6]

Le remplissage varie peu en fonction de la vitesse de la vis ou des différents mélanges utilisés. Vergnes et al. [87] ont montré la faible dépendance de la vitesse de vis ou des différents mélanges utilisés sur le remplissage. En effet, la Figure II.20 montre la distribution de caoutchouc dans la vis D pour différentes vitesses de vis.

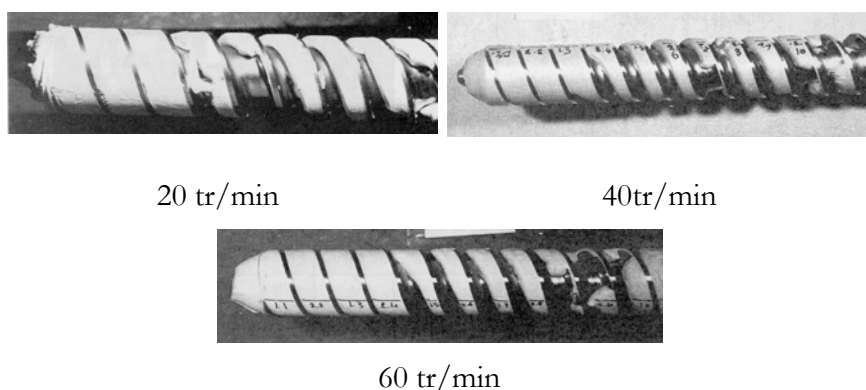


Figure II.20 : Distribution de caoutchouc dans la vis D pour différentes vitesse de vis [87]

Entre 20 tr/min et 60 tr/min, nous voyons que le remplissage n'a augmenté que de un tour de vis. Or, dans le même temps, le débit est passé de 20.3 kg/h à 64.4 kg/h. La pression quant à elle n'a augmenté que de 70 à 78 bars. La faible augmentation de pression a donc entraîné cette très faible augmentation de remplissage. La très faible dépendance de la pression en tête sur le débit est due à la forte pseudoplasticité des mélanges.

I.3. Description des écoulements et du mélangeage dans les vis d'extrudeuse

❖ Des coupes transverses ont été pratiquées lors des manipulations de Kubota et al. [42] de façon à mettre en évidence l'écoulement transverse de la matière dans les vis. Des bandes de mélange noires et blanches sont simultanément introduites dans l'extrudeuse. La Figure II.21 montre des coupes transverses effectuées sur le mélange de NR pour chaque vis. Les résultats montrent clairement l'existence d'un écoulement transverse important et d'un développement rapide du cisaillement dans les zones proches de la trémie (ceci est également valable pour le mélange SBR/BR). Cet écoulement transverse est aussi présent dans les zones partiellement remplies.

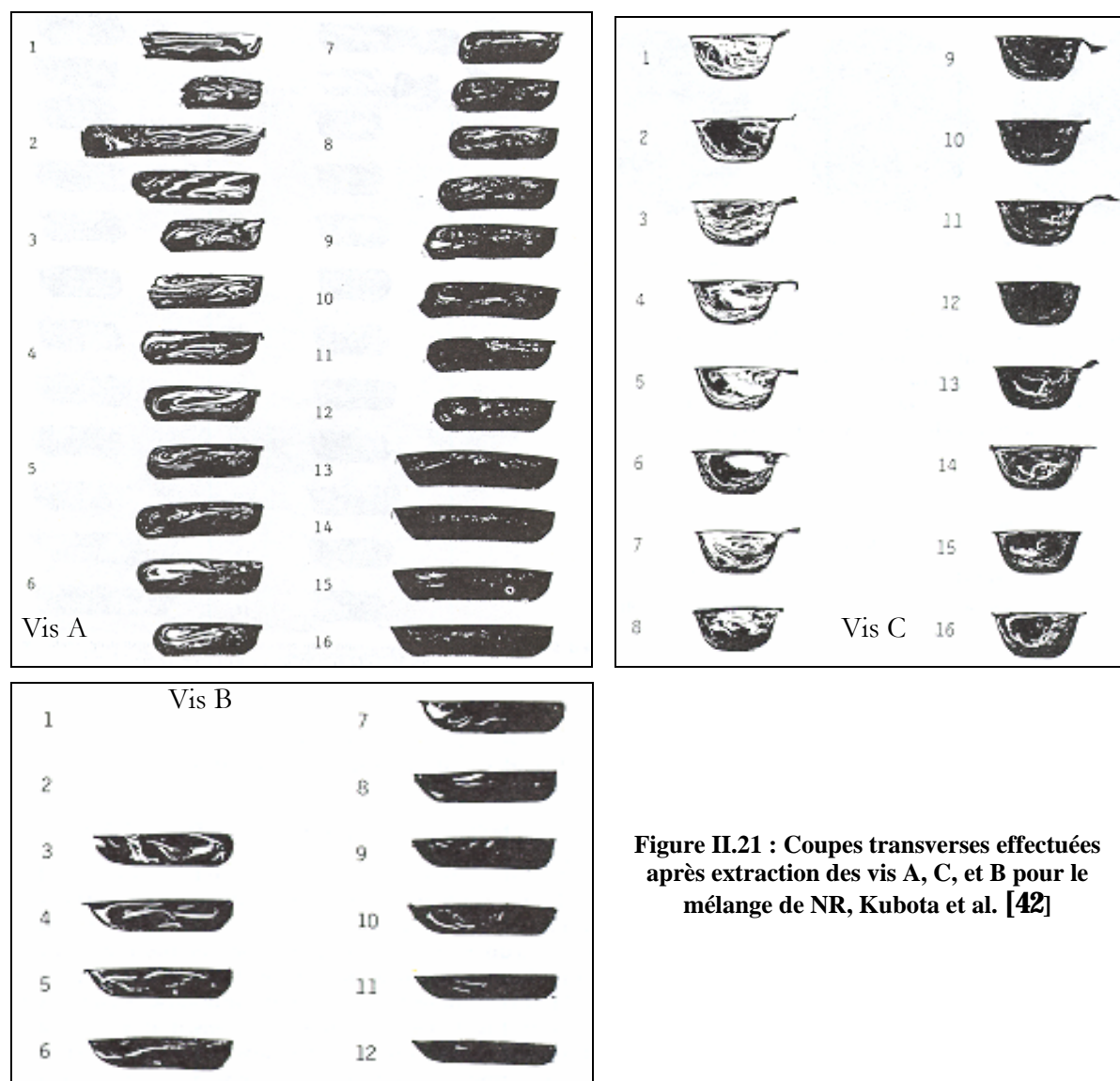


Figure II.21 : Coupes transverses effectuées après extraction des vis A, C, et B pour le mélange de NR, Kubota et al. [42]

De plus, il semble que le niveau de mélangeage dans la vis B soit moindre que dans la vis A ou C. Cela est attribué à la plus grande profondeur du chenal de vis (Figure II.2).

❖ Brzoskowski et al. [12], après avoir observé le caoutchouc sur la vis, ont aussi pratiqué des coupes transverses des chenaux de vis après vulcanisation dans l'extrudeuse, (Figure II.22).

La Figure II.22 met en évidence la présence d'un mouvement de rotation dans le sens transverse du canal, mais ce mouvement n'est pas symétrique. Il semblerait que l'écoulement pourrait être schématisé comme sur la Figure II.23. Sur le filet d'attaque le mélange tend à changer de direction d'écoulement brutalement et tend à s'écouler le long de lignes très souvent non parallèles ni au fourreau, ni à la surface de la vis. Ce type de comportement, observé aussi bien dans les parties partiellement remplies du canal que dans celles totalement remplies, est difficile à expliquer.

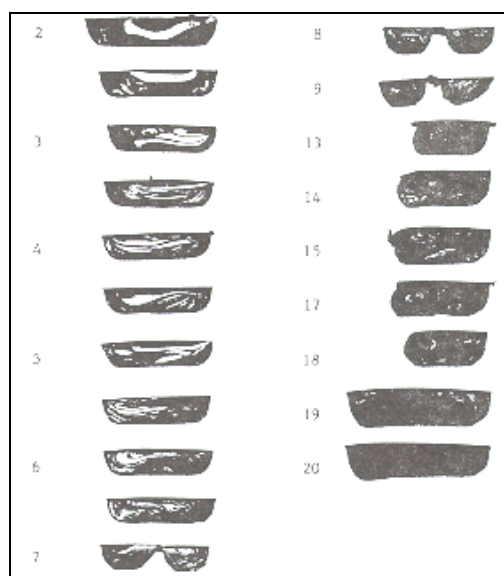


Figure II.22 : Coupes transverses effectuées après extraction de la vis D pour le mélange de NR [12]

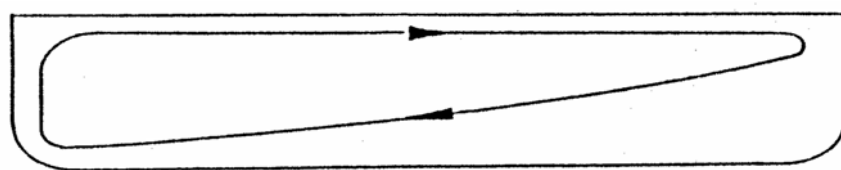


Figure II.23 : Schéma de re-circulation observé dans les coupe transverses [12]

❖ Dospisil et al. [20] ont observé l'écoulement dans une extrudeuse à caoutchouc de diamètre 30 mm et de rapport L/D de 15 (Figure II.24). Pour ce faire, ils ont utilisé deux mélanges distincts : un blanc et noir de SBR, et un autre bleu et blanc de NBR, qu'ils ont fait vulcaniser dans l'extrudeuse. L'extrudeuse est alimentée en série (on alimente successivement l'extrudeuse par des bandes noires puis blanches) ou en parallèle (l'extrudeuse est alimentée simultanément par des bandes noires et blanches) suivant les observations souhaitées.

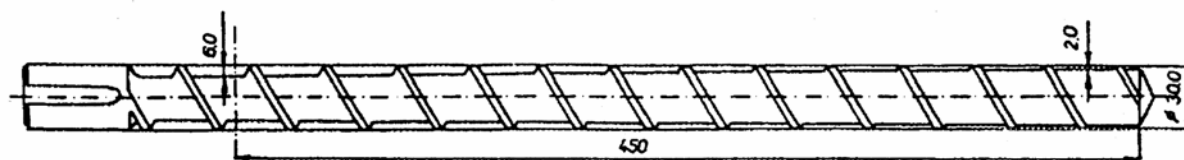


Figure II.24 : Extrudeuse utilisée par Dospisil et al. [20], Diamètre 30mm, L/D de 15

La Figure II.25 montre un exemple de caoutchouc vulcanisé sur la vis. On peut se rendre compte que, pour les deux mélanges, le chenal est rempli totalement. De plus, l'interface entre les deux couleurs est beaucoup plus nette pour le mélange de NBR (Figure II.25a), que pour le mélange de SBR (Figure II.25b), où le degré de mélangeage semble supérieur.

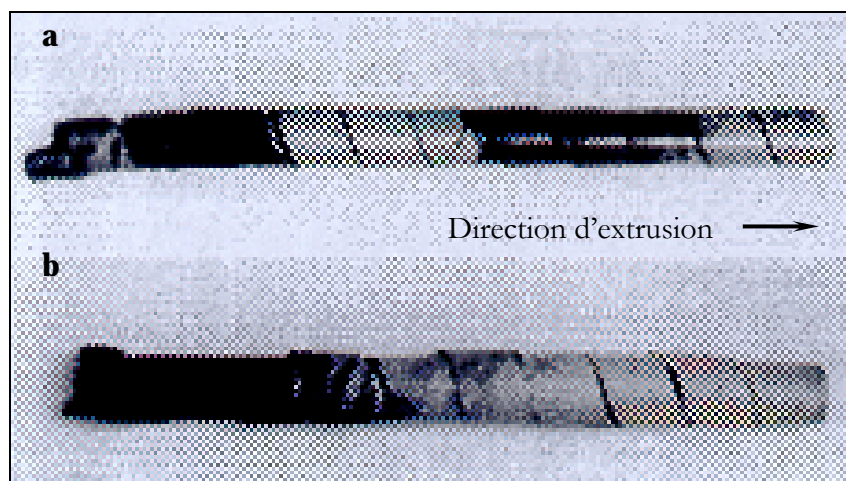


Figure II.25 : Résultats d'extraction de vis a- Mélange de NBR
b- Mélange de SBR, alimentation en serie [20]

Le déroulement des chenaux (Figure II.26) permet de donner des informations plus précises que celles obtenues par le cliché précédent. On se rend nettement compte, sur la Figure II.26a, de la faible efficacité de mélangeage pour le mélange de NBR. De plus, on peut voir un déplacement plus important sur le filet avant. Par opposition, sur la Figure II.26b, une zone beaucoup plus floue est observable à l'interface des deux couleurs du mélange de SBR, nous laissant supposer un mécanisme de mélangeage plus efficace dans le sens longitudinal.

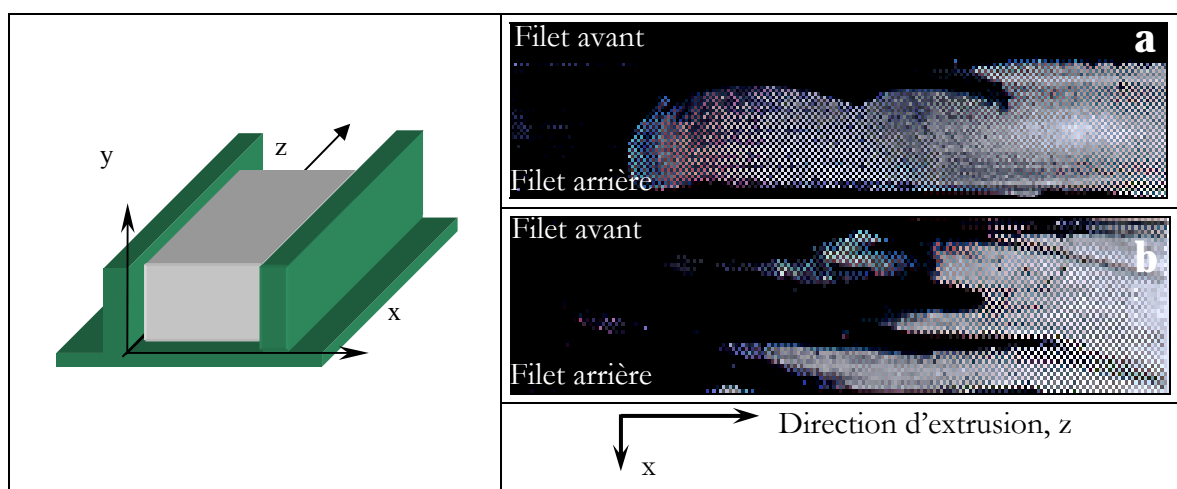


Figure II.26 : Déroulement d'un chenal de caoutchouc, vue de dessus, a- Mélange de NBR, b- Mélange de SBR, alimentation en série [20]

D'autres informations sur l'écoulement des mélanges le long des vis peuvent être obtenues en effectuant des coupes transverses du ruban vulcanisé obtenu. La Figure II.27 montre des coupes transverses réalisées sur le mélange de NBR (9^{ème} et 10^{ème} tour de vis). L'analyse de ces images nous amène aux conclusions suivantes : l'espace dans le chenal peut être divisé en deux. Tout d'abord, il y a une zone où le mélangeage demeure assez limité, sur le filet avant. Les auteurs comparent cette zone au lit solide des thermoplastiques. Par la même analogie, sur le filet opposé, une zone de fort mélangeage est observable et peut être comparée à la zone fondue des thermoplastiques, même si le passage à l'état fondu n'intervient pas pour les mélanges de caoutchoucs. Dans cette région, le mécanisme de mélangeage semble être basé sur une déposition successive de couches. L'irrégularité de ces couches contribue à l'homogénéisation. L'ensemble de ces couches est transféré vers le filet arrière où elles sont successivement déposées jusqu'à ce que toute la profondeur du chenal de vis soit remplie.

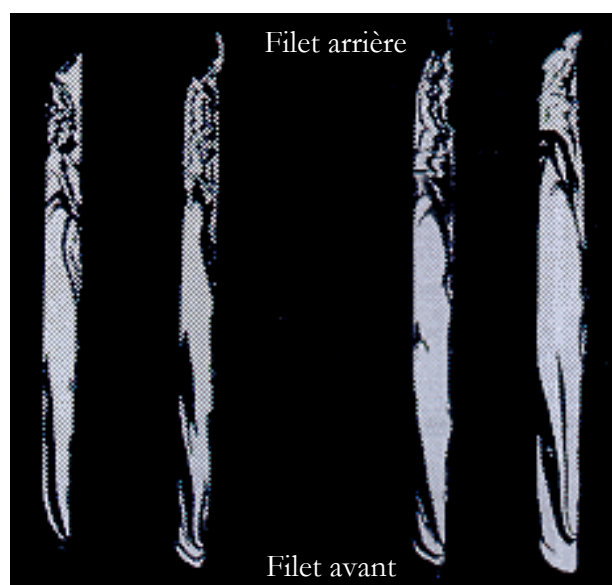


Figure II.27 : Coupes transverses réalisées sur le mélange de NBR et, sur les 9^{ème} et 10^{ème} tour de vis, alimentation en parallèle [20]

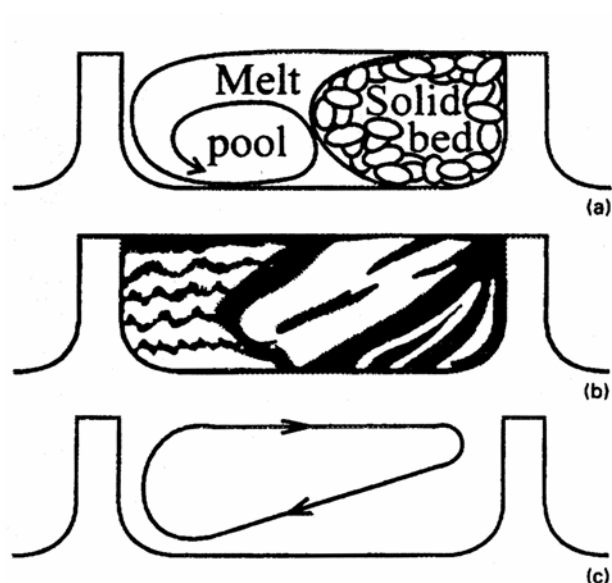


Figure II.28 : Schéma du mécanisme d'écoulement pour : a- les thermoplastiques, b- un mélange de NBR, c- un mélange de SBR [20]

La déposition de couches successives sur le filet arrière n'a pas été observée pour le mélange de SBR. La Figure II.28 montre les écoulements pour les thermoplastiques, pour le NBR, que l'on vient de décrire, et pour le SBR. Pour ce dernier (Figure II.28c), le mécanisme a été décrit par Min et White [60]. Le mélange non miscible est forcé de circuler dans presque toute la largeur du chenal, à l'exception d'une petite zone, en bas du filet avant, où le mélange est transféré dans le sens longitudinal seulement. Ceci est sûrement dû aux faibles forces de cisaillement qui ne permettent pas de mouvement transverse dans ce coin. Même si la différence entre la Figure II.28b et la Figure II.28c n'affecte pas la nature ni la forme de l'extrudat, elle a une influence certaine sur son homogénéité.

L'utilisation de mélanges bicolores a été utilisée, comme nous l'avons vu précédemment pour visualiser l'écoulement, mais avant tout pour visualiser l'importance du mélangeage dans les procédés d'extrusion.

❖ Les premières visualisations d'écoulement transverse utilisant des bandes de différentes couleurs de caoutchouc sont attribuées à Menges et Lehen [57] [50]. La Figure II.29 montre l'échelle de bon mélangeage de Menges et Lehen [57], allant de 1 à 10.



Figure II.29 : L'échelle de bon mélangeage de Menges et Lehen [57]

❖ Le mélange ne dépend pas seulement du profil de vis utilisé, mais aussi des conditions d'extrusion. Ainsi, comme le montre la Figure II.30 (Kubota et al. [42]), en augmentant la longueur de la filière et ainsi la pression dans celle-ci, le mélangeage dans la vis est considérablement amélioré. Quand la pression augmente, l'écoulement des marqueurs blancs diminue peu à peu.

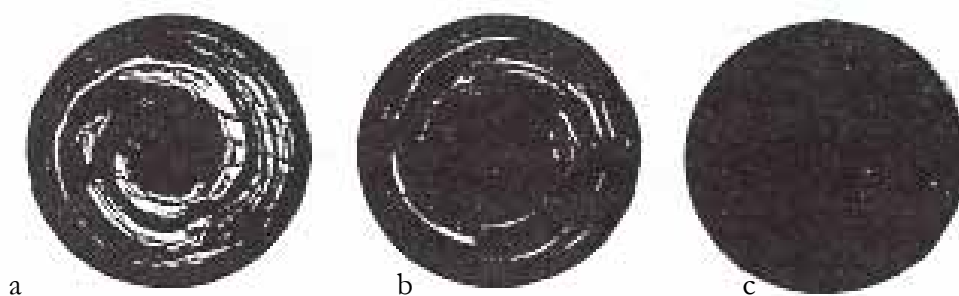


Figure II.30 : Homogénéité de l'extrudat en fonction de la pression en tête pour la vis B [42]

a- $\Delta p = 2.9 \text{ MPa}$ b- $\Delta p = 10.3 \text{ MPa}$ c- $\Delta p = 22 \text{ MPa}$

De plus Kubota et al. [42] montrent l'influence de la profondeur du chenal de vis sur le mélange (Figure II.21). La comparaison des coupes transverses des vis A, B, C pour le mélange de NR fait apparaître que le niveau de mélangeage est moindre dans la vis B que dans les vis A et C.

❖ Menges et Lehen [57] ont comparé le mélange de différents profils de vis. Ils ont comparé les huit vis de la Figure II.31. La septième vis possède une section Maillefer, tandis que la huitième a deux sections de mélange. Il apparaît que c'est cette dernière qui offre le meilleur ratio de mélange.

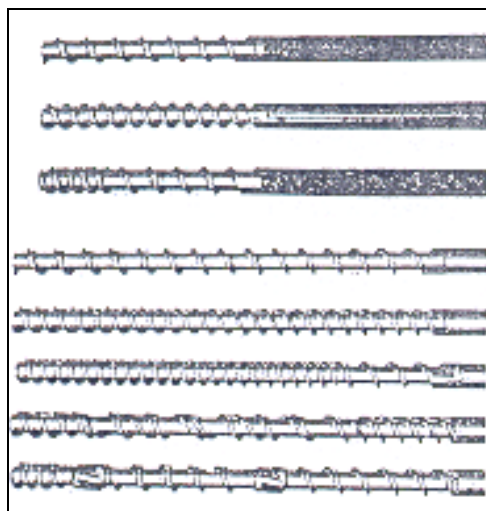


Figure II.31 : Profils de vis comparées par Menges et Lehen [57]

❖ Wong et al. [99] ont également comparé différents profils de vis, ayant des éléments de mélangeage différents. Pour ce faire, ils utilisent une extrudeuse de diamètre 45mm dotée de fenêtres. Quatre inserts de verre disposés de chaque côté le long du fourreau permettent la visualisation de ce qui se passe dans l'extrudeuse.

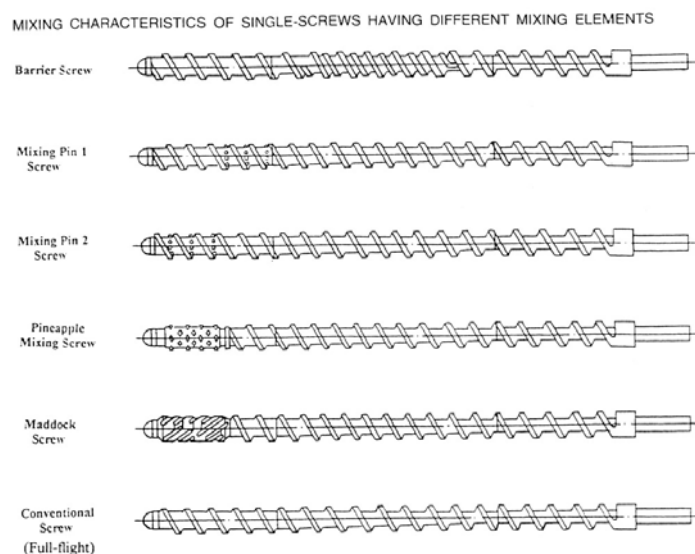


Figure II.32 : Profils de vis comparées par Wong et al. [99]

L'ajout pendant l'extrusion de mélange coloré ou de noir de carbone et la visualisation leur permettent d'effectuer un classement des différentes vis testées :

Qualitative Comparison of the Mixing Characteristics Performed by the Different Types of Screws

Types of Screws	Mixing Characteristics
Full-flight	Worst
Barrier	Poor
Maddock	Fair
Mixing pin 2	Good
Mixing pin 1	Better
Pineapple	Best

Figure II.33 : Résultats des comparaison de Wong et al. [99]

❖ Bigio et al. [7] (Figure II.36) ont étudié le mélange dans une extrudeuse monovis, avec différentes géométries de vis. La première possède une géométrie constante sur toute sa longueur. La deuxième vis a un simple filet de profondeur décroissante jusqu'à la moitié de la vis, puis se divise en un double filet plus étroit sur le reste de la vis. La troisième vis est identique à la seconde jusqu'à la moitié, la fin de la vis étant remplacée par une section Maddock.

Le matériau utilisé pour l'expérience est du caoutchouc silicone blanc et noir, introduit comme le montre la Figure II.34.

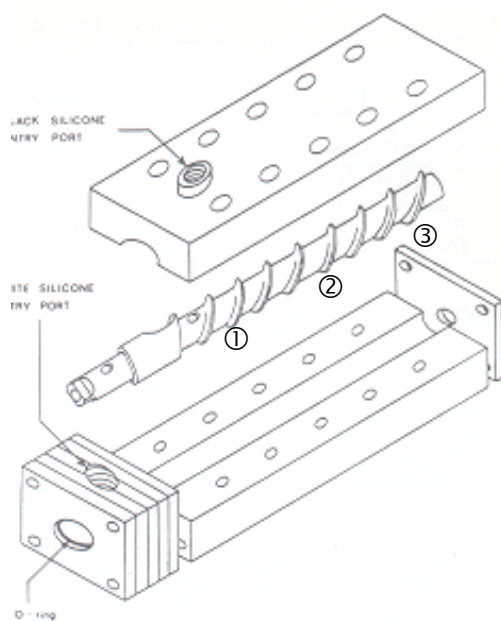


Figure II.34 : L'extrudeuse de Bigio et al. [7]

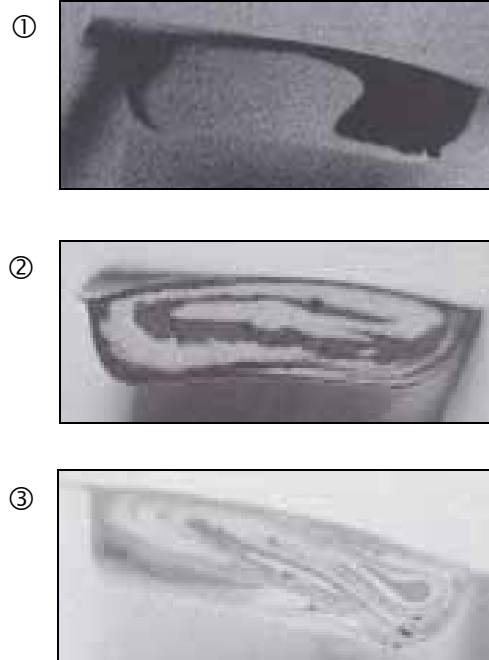


Figure II.35 : Coupe transverse montrant le mélangeage Bigio et al. [7]

Les résultats du mélange sont montrés sur la Figure II.35. On distingue clairement le mélangeage et son évolution au cours de l'extrusion. Au début, la démarcation entre le blanc et le noir est très franche, puis le mélange intervient et des formes d'écoulement se précisent, mais elles ne sont pas évidentes du tout à interpréter.



Figure II.36 : Vis utilisées par Bigio et al. [7]

I.4. Conclusion

Le but de cette étude bibliographique est la compréhension des phénomènes qui gouvernent l'extrusion des mélanges d'élastomères et principalement l'écoulement dans les vis d'extrudeuse. Nous avons présenté une étude bibliographique concernant les travaux expérimentaux déjà publiés sur ce sujet.

Nous avons présenté principalement des résultats de démontage de vis, où le mélange est vulcanisé dans l'extrudeuse puis découpé et observé directement sur la vis pour se rendre compte du taux de remplissage. Des coupes transverses après mise à plat des filets de vis permettent de mettre en évidence les écoulements.

Nous avons pu nous rendre compte que les écoulements dans les vis d'extrudeuse à caoutchouc sont complexes, et que leur interprétation demeure difficile. Même si certains auteurs ont tenté de décrire ces écoulements, leurs conclusions sont rarement évidentes.

Tout ce qui est observé et décrit dépend grandement des types de vis, de la nature même du mélange d'élastomère, des conditions du procédé et, par exemple, de la largeur des bandes d'alimentation. Aussi, il est préférable de se garder de toute généralisation hâtive.

Malgré la grande variété de machines étudiées, les résultats de ces différents auteurs sont généralement conformes et les conclusions communes peuvent être résumées comme suit (Figure II.37).

Pour les extrudeuses mono-étage : A l'exception des vis très courtes, on observe généralement un remplissage partiel et trois zones peuvent être distinguées le long de la vis, depuis l'entrée jusqu'à la tête : une zone partiellement remplie sur plusieurs filets, une zone très courte de transition où le chenal est progressivement rempli et une zone complètement remplie sur 2 à 3 filets en tête de vis. Généralement, la zone complètement remplie augmente avec la pression en tête et dépend des conditions d'alimentation (c'est à dire dimension de la bande d'alimentation ou utilisation d'une alimentation forcée). Il existe un courant de re-circulation transversal dans toutes les sections du chenal de la vis, même dans la zone partiellement remplie.

Pour les extrudeuses à deux étages : Le premier étage est complètement rempli et détermine le débit de l'écoulement à vitesse de rotation de la vis donnée. Le second étage est partiellement rempli, de manière semblable aux extrudeuses mono-étage. Il y a un écoulement de re-circulation transversal non symétrique dans le chenal, en appui sur l'aile d'attaque de la vis, comme pour les extrudeuses mono-étage. Enfin, pour certains mélanges, l'écoulement est discontinu dans le second étage.

En fait, deux modes de fonctionnement semblent se présenter dans les extrudeuses pour caoutchouc : soit remplissage total, soit remplissage partiel. Les mécanismes d'écoulement apparaissent ainsi fondamentalement les mêmes dans les deux types d'extrudeuses et relèvent essentiellement d'un mécanisme de pompage. Il est évident qu'il ne peut y avoir de montée en pression que lorsque le chenal est complètement rempli. La longueur de la zone remplie augmente avec la pression en tête et donc avec la résistance à l'écoulement dans la filière.

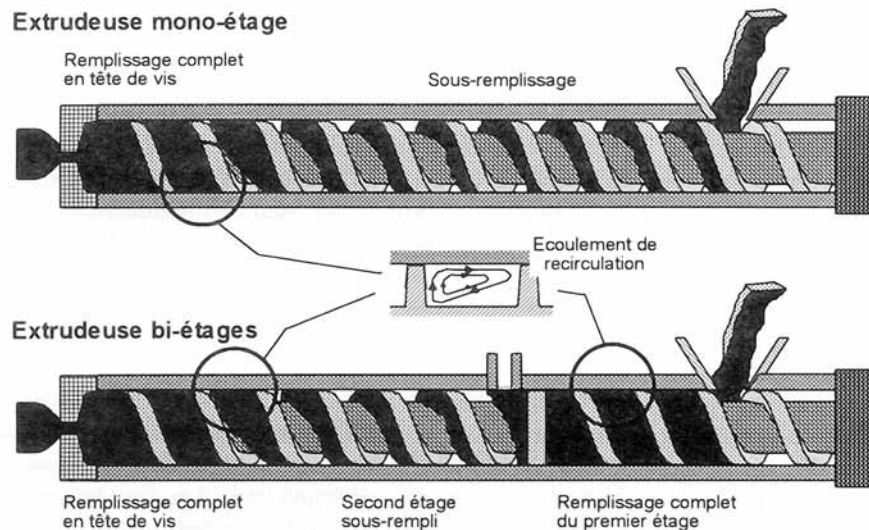


Figure II.37 : Écoulement dans les extrudeuses pour caoutchouc [100]

II. Etude expérimentale de l'extrusion des mélanges

II.1. Introduction

La compréhension des phénomènes physiques qui sont mis en jeu au cours du procédé d'extrusion constitue un point très important. Les résultats obtenus devraient permettre de mieux maîtriser les outils de production, en étant capable d'optimiser les profils de vis et/ou les conditions opératoires.

Une étude expérimentale systématique a été entreprise, sur deux mélanges d'élastomères dont nous connaissons le comportement rhéologique, un mélange A et un mélange B. Nous avons effectué ces essais d'extrusion sur différents matériels : un de type industriel, sur une extrudeuse Troester de diamètre 60 mm, et de longueur 20D, un de laboratoire, sur une extrudeuse Collin de diamètre 45 mm et de longueur 20D. Sur chacune de ces machines ont été testées respectivement cinq et quatre vis.

Ces vis ont des profils classiques utilisés en production dans un cas. Pour l'autre extrudeuse, nous possédons deux profils très simples, qui auront pour but de comprendre et de mettre en évidence le système de fonctionnement de l'extrudeuse à caoutchouc. Nous disposons également d'une vis modulaire que nous avons conçue sur le principe des vis d'extrudeuse bi-vis. Nous avons donc la possibilité de bâtir une infinité de profils de vis. Nous nous intéresserons plus particulièrement à deux profils très proches des profils industriels. Ainsi, nous pourrions comparer les résultats sur deux machines pour des vis similaires, et proposer d'éventuelles extrapolations d'une machine de laboratoire vers une machine industrielle. Enfin, le fait de tester deux mélanges nous permettra de mettre en évidence l'effet éventuel du glissement dans l'extrudeuse.

Lors des essais, nous avons fait varier différents paramètres : la vitesse de vis, celle du galet boursier, les températures de régulation de la vis et du fourreau. Des informations ont été obtenues par le relevé de paramètres tels que la pression, la température, le débit, la puissance... Nous présentons dans ce document les résultats expérimentaux ainsi que leurs interprétations, ceci dans le but de déterminer, en fonction de paramètres machine adaptés, le meilleur profil de vis à utiliser. Bien entendu, seule une synthèse des résultats est présentée, la totalité des résultats pour chaque vis étant disponible en annexes.

II.2. Présentation du matériel utilisé

II.2.1. L'extrudeuse Troester

II.2.1.1. La machine

Il s'agit d'une extrudeuse monovis de marque TROESTER (Figure II.38), dont les caractéristiques principales sont consignées dans le Tableau II.1. Son diamètre de 60 mm en fait une machine industrielle. Elle est cependant largement plus instrumentée que ses sœurs de production.

Outre la mesure de pression et de température en filière grâce à deux capteurs distincts, le fourreau offre la possibilité d'implanter 4 capteurs de pression sur toute la longueur de la vis, de la trémie à la filière. La position de ces derniers est représentée sur les profils de vis par des points.

La vis peut être régulée en température, ce qui est le cas sur la plupart des vis d'extrudeuses à caoutchouc, à la différence des vis pour thermoplastiques.

Tableau II.1: Caractéristiques de l'extrudeuse TROESTER

Diamètre : 60 mm
Longueur modulable : 16D ou 20D
Dégazage possible
5 zones de régulation en température en 20D, 4 en 16D
Régulation de la vis
Vitesse vis : 0-96 tr/min
Puissance moteur : 27.4 kW

L'extrudeuse est alimentée par des granulés cubiques de 8 mm de côté. La trémie est en permanence remplie, c'est donc la vitesse de la vis qui fixe le débit. Ce mode d'alimentation est couramment employé. De plus, l'alimentation est assistée d'un galet bourreur (Figure II.39), qui comme son nom l'indique aide la matière à pénétrer dans la vis. Celui-ci tourne à la même vitesse que la vis, mais en sens inverse. Ce dispositif d'aide à l'alimentation est aussi spécifique à l'industrie du caoutchouc.

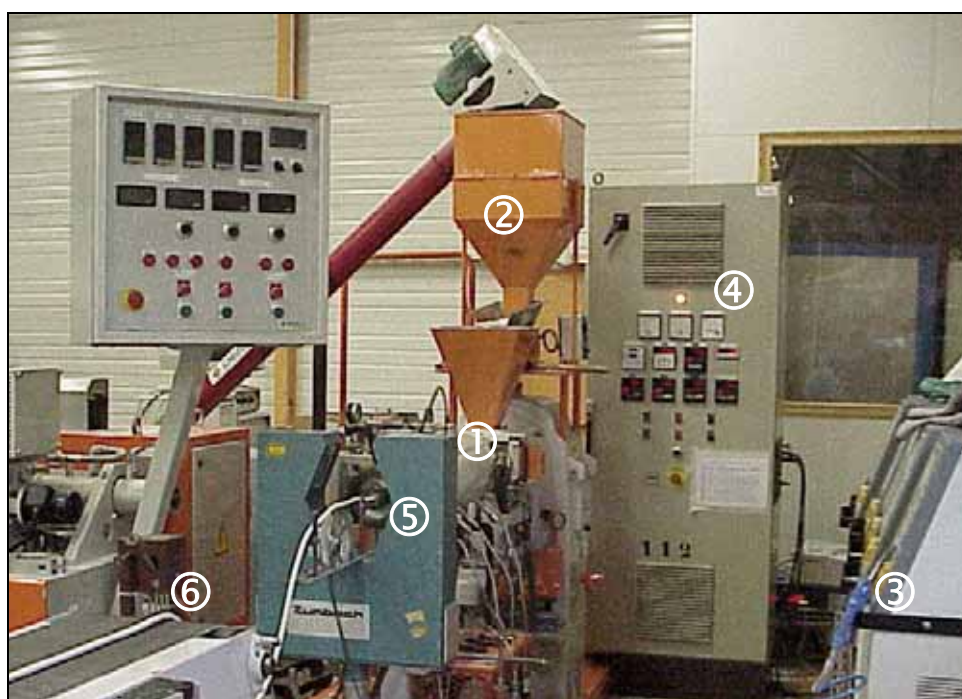


Figure II.38: Extrudeuse TROESTER, 1-extrudeuse, 2-doseur d'alimentation, 3-blocs de régulation, 4-armoire électrique, 5-mesure de diamètre, 6- tapis de réception du jonc.

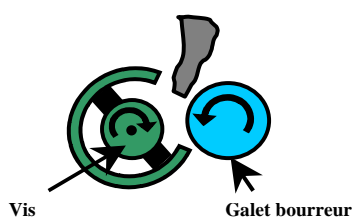


Figure II.39 : Représentation du galet burreur

II.2.1.2. Les vis

Cinq vis de diamètre 60 mm vont être utilisées, deux 16D et trois 20D. Parmi elles, deux sont des vis dégazeuses. Celles-ci proviennent directement des ateliers de production. Elles semblent plus complexes que des vis thermoplastiques standard alors que, dans le cas des caoutchoucs, leur fonction est beaucoup plus limitée : il n'y a pas de transport solide ou de zone de fusion.

Ces vis sont les suivantes :

Les *VAK 401 16D* et *VAK 401 20D* (Figure II.40, et Figure II.41) sont des vis dégazeuses présentant deux zones de compression, l'une avant la zone de dégazage, l'autre en bout de vis ; le pas est de 60 avant la zone de dégazage, 80 après. La différence entre les deux vis se situe au niveau d'une section de convoyage qui fait 4D dans un cas et 8D dans l'autre.

Les *MZS 412 16D* et *MZS 422 20D* (Figure II.42, Figure II.43) sont des vis non dégazeuses avec un pas de 60, une zone de compression en tête de vis, deux zones de mélangeage pour la vis 20D, et une seule pour la vis 16D.

La *MZS 521 20D* (Figure II.44) est aussi une vis non dégazeuse avec un pas de 70, sans zone de compression et avec deux zones de mélangeage.

Un point commun à toutes ces vis est une zone d'alimentation à géométrie complexe (Figure II.48), identique d'ailleurs à celle des zones de mélangeage, d'une longueur de 3D sur toutes les vis à l'exception de la *MZS 521 20D*. Le but de cette zone est d'aider à l'avalement de la matière. On retrouve d'ailleurs ce type de zone d'alimentation dans la littérature [10]. De plus, ces vis possèdent toutes des doubles filets. La raison profonde est méconnue. On peut supposer que ce choix a été fait afin de limiter l'usure des filets et d'obtenir des chenaux plus petits tout en conservant le pas.

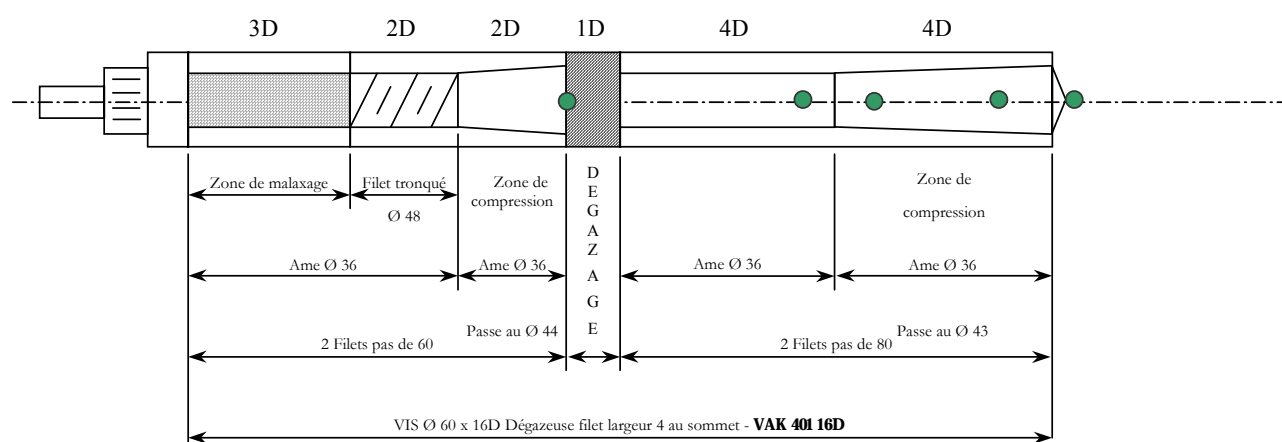


Figure II.40 : Vis VAK 401 16D

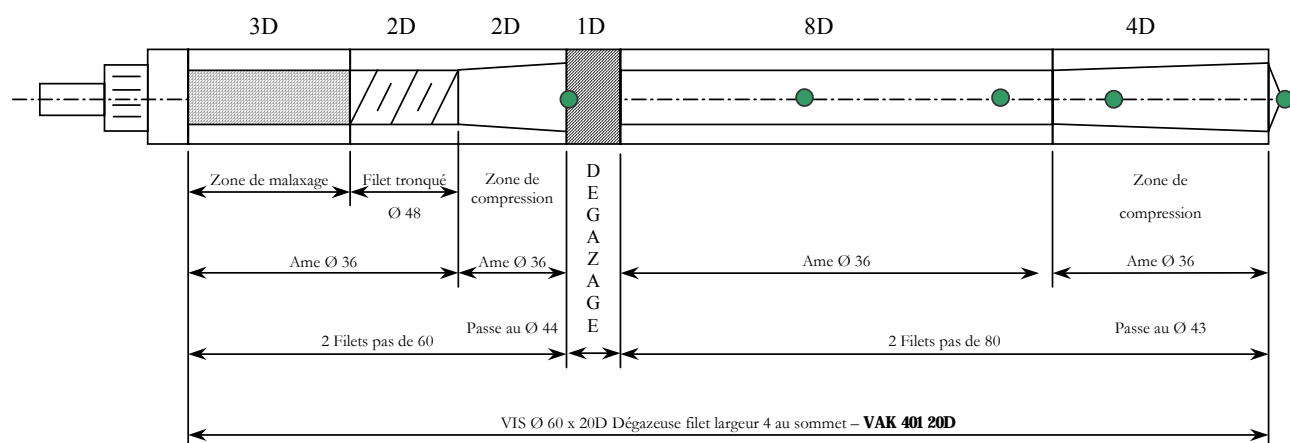


Figure II.41 : Vis VAK 401 20D

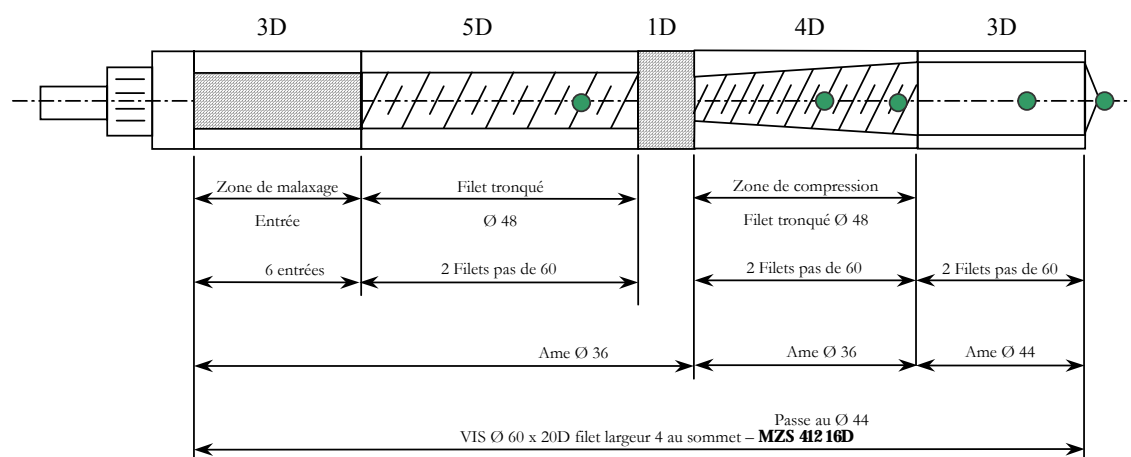


Figure II.42 : Vis MZS 412 16D

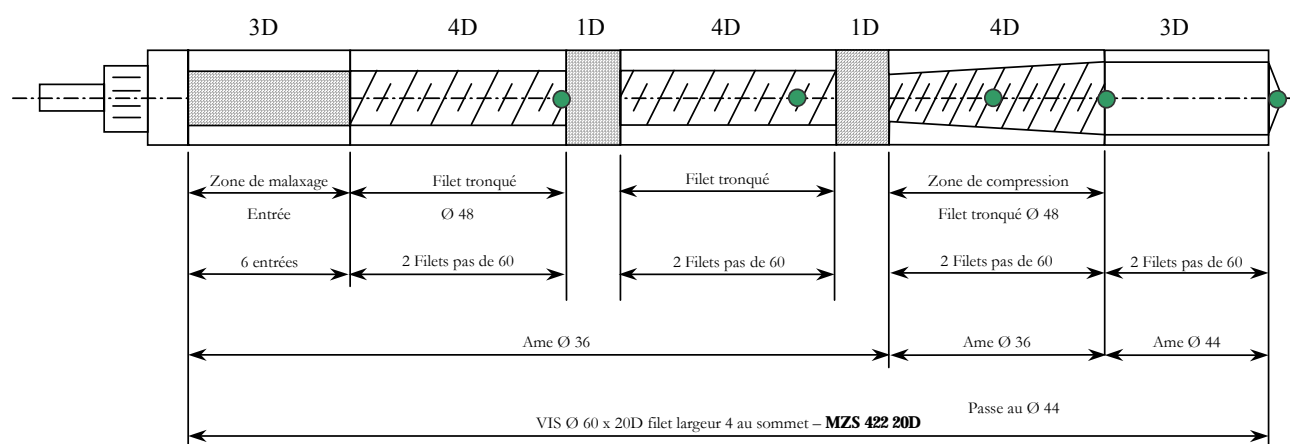


Figure II.43 : Vis MZS 422 20D

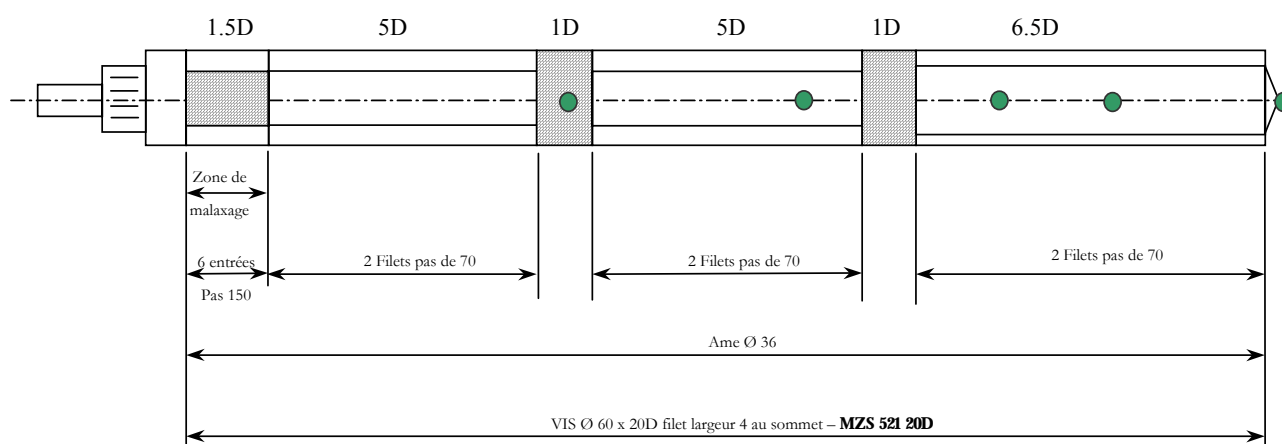


Figure II.44 : Vis MZS 521 20D

Les figures qui suivent présentent des détails des différentes vis que nous venons de présenter : la Figure II.45 montre un élément classique de convoyage à double filet, tandis que la Figure II.46 présente également un élément de convoyage, mais à filet tronqué. Ceci devrait permettre une meilleure re-circulation de la matière. A l'origine conçu pour séparer la zone liquide de la zone solide lors de l'extrusion de matière thermoplastique, ce profil est largement utilisé en extrusion de caoutchouc pour favoriser le mélangeage (à ne pas confondre avec des éléments type barrière où le pas n'est pas constant). La Figure II.47 nous dévoile l'élément de dégazage qui présente une très forte restriction. Il fait largement augmenter la pression amont.



Figure II.45 : Élément de convoyage



Figure II.46 : Élément de convoyage avec filet tronqué



Figure II.47 : Élément de dégazage

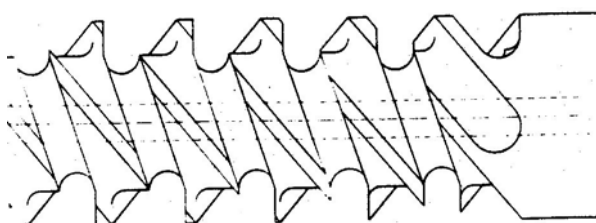


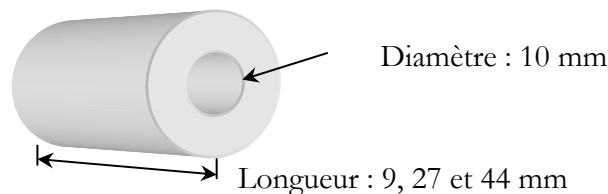
Figure II.48 : Zone d'alimentation des vis

Tableau II.2 : Tableau récapitulatif des vis d'extrudeuse utilisées au CDR, HUTCHINSON

VAK 401/16D	Dégazeuse	2 zones de compression : Une avant le dégazage, l'autre après	
VAK 401/20D		Pas de 60 avant le dégazage, 80 après	
MZS 412/16D	Non dégazeuse	Pas de 60, Zone de compression en tête	2 zones de mélangeage
MZS 412/20D			3 zones de mélangeage
MZS 521/20D	Non dégazeuse	Pas de 60, Pas de zone de compression,	3 zones de mélangeage

II.2.1.3. Les filières

Chaque vis sera testée avec trois filières de jonc de diamètre 10 mm. Seule la longueur de ces filières diffère : 9, 27 et 44 mm (Figure II.49). Il est vrai que ce choix n'est peut être pas très judicieux puisque la pression varie linéairement avec la longueur, contre un facteur 4 avec le rayon pour un fluide newtonien. Cependant, dans le cas pseudoplastique, avec un indice m faible (0.1), l'influence relative du rayon par rapport à la longueur s'estompe.

**Figure II.49 : Filières utilisées**

Les équations suivantes expriment la perte de charge en fonction du débit et des caractéristiques de la filière, pour un fluide newtonien et un fluide pseudoplastique.

$$\Delta P = \frac{8.\eta.Q.L}{\pi.R^4} \quad \text{Equation II.1}$$

$$\Delta P = 2.K.L.\frac{1}{R^{1+3m}} \left[\frac{Q}{\pi} \cdot \frac{(3m+1)}{m} \right]^m \quad \text{Equation II.2}$$

- Δp : perte de charge en Pa
- η : viscosité en Pa.s
- Q : débit volumique en m^3/s
- L : Longueur du tube en m
- R : Rayon du tube en m
- K : Consistance en $Pa.s^m$
- m : Coefficient de pseudo-plasticité

Enfin, contrairement à ce qui est généralement pratiqué, la filière a été simplifiée à l'extrême. En pratique, entre le bout de la vis et la filière cylindrique proprement dite se trouvent divers éléments qui perturbent l'écoulement. On peut noter en particulier la présence d'une grille constituée de nombreux trous cylindriques de petites tailles, et d'un croisillon.

II.2.2. L'extrudeuse Collin

II.2.2.1. La machine

La deuxième machine sur laquelle nous avons effectué des essais est une extrudeuse monovis de marque COLLIN (Figure II.50), dont les caractéristiques principales sont données dans le Tableau II.3. Elle est instrumentée avec différents capteurs de pression et de température répartis le long du fourreau. Les points verts sur le schéma de vis indiquent ces emplacements. L'extrudeuse offre de plus la possibilité d'extraire le fourreau aisément. Ainsi, il sera possible d'observer l'écoulement de la matière et plus particulièrement le remplissage de la vis. Ce dispositif est visible sur la Figure II.50. La présence de deux gros axes poli et du soufflet, situé entre les deux axes, cache une vis sans fin reliée à un moteur surdimensionné. Pour pouvoir extraire le caoutchouc réticulé sur la vis, une force importante est en effet nécessaire.



Figure II.50 : Extrudeuse COLLIN

Tableau II.3 : Caractéristiques de l'extrudeuse COLLIN

Diamètre : 45 mm
Longueur modulable : 12D, 16D, 20D ou 24D
Dégazage possible
6 zones de régulation en température dont la vis elle-même.
Vitesse vis : 0-60 tr/min
Puissance moteur : 12 kW

II.2.2.2. Les vis

De manière à bien comprendre le mode de fonctionnement d'une extrudeuse à caoutchouc, nous sommes tout d'abord partis de deux profils de vis extrêmement simples et peu réalistes en terme de production, comparativement à ce qui peut exister. Nous avons omis toute zone d'alimentation particulière : ces deux vis sont donc composées de seulement deux zones, une de compression et une de pompage. Dans cette dernière, le diamètre est constant. Dans la zone de compression, soit l'âme de la vis croît, soit le pas diminue. De plus, nous avons opté pour un profil mono-filet et un bi-filets.

II.2.2.2.1. La Vis 1

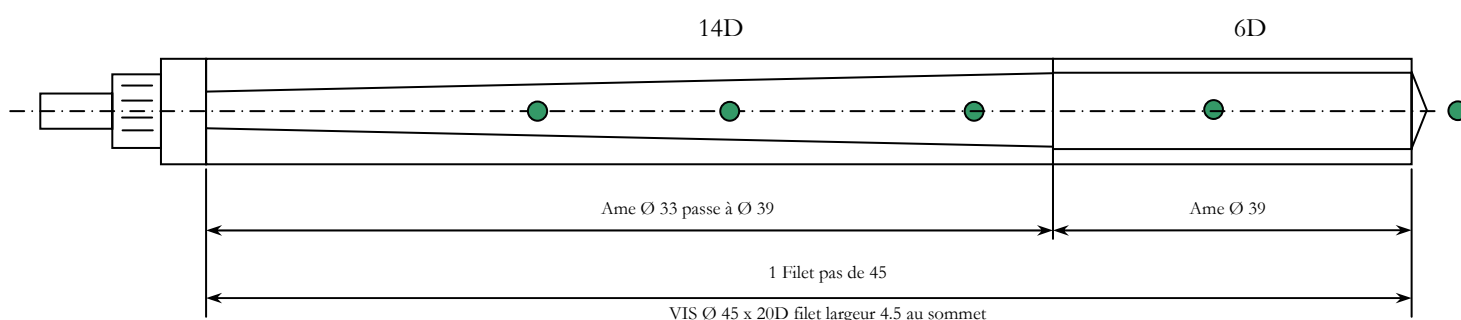


Figure II.51 : Schéma de la vis 1, positionnement des capteurs de pression et température

La vis 1 (Figure II.51) est une 20D, elle possède un profil relativement simple. Elle comporte deux zones et un seul canal de vis. La première zone d'une longueur de 14D est une zone de compression qui voit le diamètre de l'âme de la vis passer de 33 à 39 mm. La seconde zone est une zone de pompage, la profondeur du chanal demeure donc constante et égale à 3 mm. Le pas, ainsi que la largeur du filet au sommet restent constants sur toute la longueur de la vis, soit respectivement 45 mm et 4.5 mm.

II.2.2.2.2. La Vis 2

La Figure II.52 représente la vis 2. Il s'agit ici encore d'une vis 20D avec un profil relativement simple. Elle possède sur toute la longueur un double filet et une âme de 33 mm, la profondeur du chanal est donc de 6 mm partout. Elle comporte deux zones : la première d'une longueur de 13D a le pas et la largeur du filet au sommet qui diminuent respectivement de 56 à 30 mm et de 4.5 à 2.75. La seconde zone, d'une longueur de 7D, est ni plus ni moins qu'une zone de pompage, avec un pas de 30 mm et une largeur du filet de 2.75 mm.

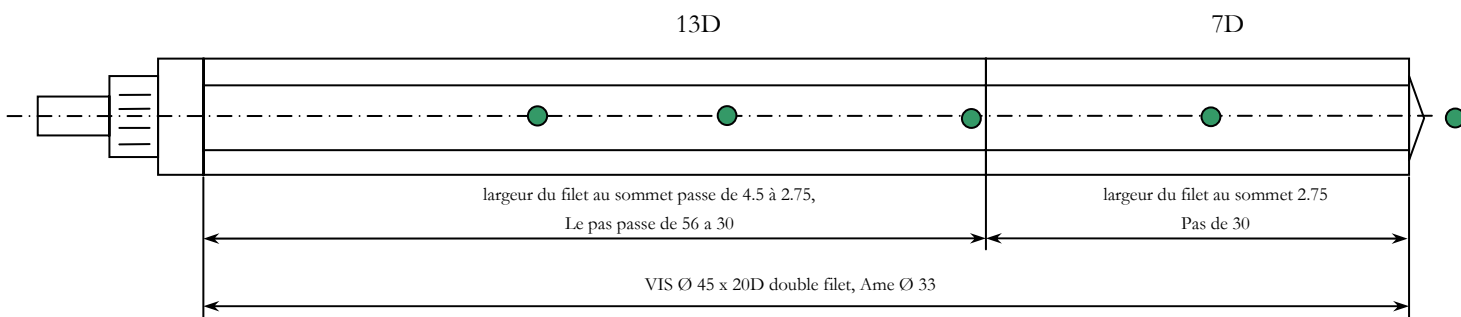


Figure II.52 : Schéma de la vis 2, positionnement des capteurs de pression et température

II.2.2.2.3. Les vis modulaires

Afin de pouvoir étudier correctement la géométrie des vis d'extrusion, nous avons conçu une vis modulaire sur le même principe que celui des vis d'extrudeuse bi-vis. Nous avons ainsi un certain nombre d'éléments de longueur 1D ou 2D, qui vont nous permettre de bâtir des profils à volonté. Notre gamme d'éléments, Tableau II.4, a été constituée afin de pouvoir reproduire des profils industriels. Nous disposons d'éléments de mélangeage caractéristiques des vis à caoutchouc, tels que nous les avons décrits précédemment, d'un élément de dégazage afin de bâtir des vis à double étages, des éléments de compression et de convoyage dont les pas et les profondeurs de chenal diffèrent. Chaque élément est monté sur un arbre cannelé d'une longueur 20D. Le tout est maintenu et rendu solidaire par la pointe de la vis (Figure II.55).

Tableau II.4 : Descriptif des éléments modulaire

Dési- gnation	Type d'éléments	Quantité	Long.	Pas	e	Ø âme entrée	Ø âme sortie	Spécifications
E2	Double filet Convoyage	5	2D	45	4.5	33	33	Double filet Ame de vis de 33 mm
E1	Double filet Convoyage	3	1D	45	4.5	33	33	
A2	Double filet Convoyage	2	2D	45	4.5	39	39	Double filet Ame de vis de 39 mm
A1	Double filet Convoyage	2	1D	45	4.5	39	39	
G2	Double filet Convoyage	2	2D	30	4.5	39	39	Pas de 30 mm
G1	Double filet Convoyage	2	1D	30	4.5	39	39	
H2	Double filet Convoyage	2	2D	60	4.5	39	39	Pas de 60 mm
H1	Double filet Convoyage	2	1D	60	4.5	39	39	
D	Convoyage Filet tronqué	4	2D	45	4.5	33	33	Ø filet tronqué : 39 mm
B1	Double filet Compression	1	2D	45	4.5	33	36	L'âme de la vis passe de 33 à 36 mm
B2	Double filet Compression	1	2D	45	4.5	36	39	L'âme de la vis passe de 36 à 39 mm
C2	Mélangeage	1	2D	/	12.75 et 3	27 et 36	27 et 36	Six filets (2 + 4) Type TROESTER
C1	Mélangeage	3	1D	/	12.75 et 3	27 et 36	27 et 36	
F	Dégazage	1	1D	/	/	/	/	Très forte restriction

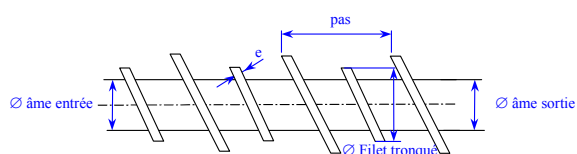


Figure II.53 : Les éléments de convoyage à filet tronqué

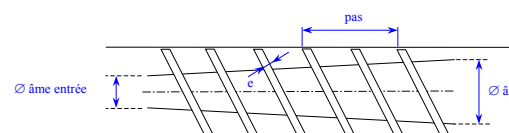


Figure II.54 : Les éléments de compression



Figure II.55 : Tête de vis



Figure II.56 : Élément E1 de convoyage 1D bi-filet, pas de 45 mm



Figure II.57 : Élément C de convoyage 2D à filet tronqué, pas de 45 mm



Figure II.58 : Élément E2 de convoyage 2D bi-filet, pas de 45 mm



Figure II.59 : Élément H2 de convoyage 2D bi-filet, pas de 45 mm



Figure II.60 : Élément D de convoyage 2D à filet tronqué, pas de 45 mm



Figure II.61 : Élément G1 de convoyage 1D bi-filet, pas de 30 mm



Figure II.62 : Élément A1 de convoyage 1D bi-filet, pas de 45 mm



Figure II.63 : Élément F de convoyage 2D à filet tronqué, pas de 45 mm

La Figure II.64 présente le détail des cotes de l'éléments de mélangeage, la Figure II.65 celui de l'élément de dégazage. Ce dernier, élaboré comme ceux des vis industrielles, présente un profil intéressant et une restriction vraiment importante. En effet la profondeur du chenal se réduit jusqu'à devenir nulle (ou équivalente au jeu vis/fourreau). La matière s'écoule donc par les rainures transverses effectuées sur le filet.

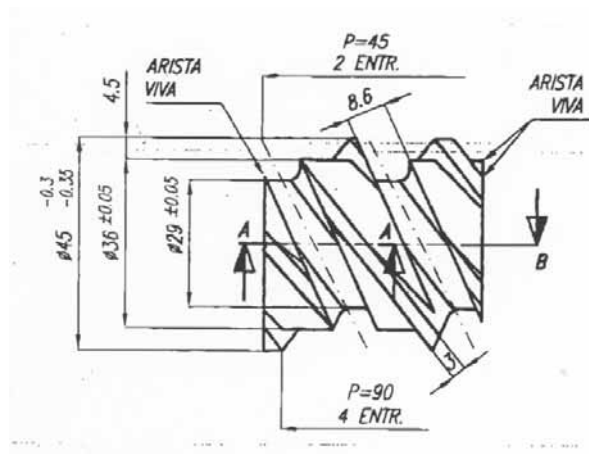


Figure II.64 : Schéma de l'élément de mélangeage

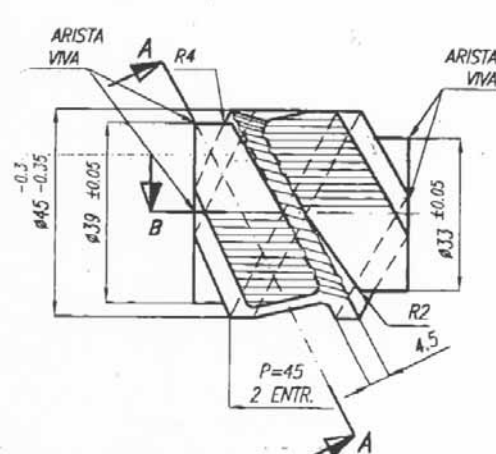


Figure II.65 : Schéma de l'élément de dégazage

Dans un premier temps, nous avons construit deux profils très proches des vis industrielles que nous venons de présenter au paragraphe précédent : la vis MZS422 et la vis VAK401.

La vis type MZS est donc une vis modulaire composée de petits éléments aux profils différents (Figure II.66). Elle est composée d'une zone d'alimentation, de deux zones de mélangeage et d'une zone de compression.

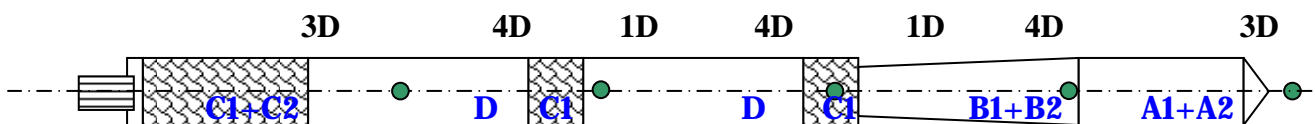


Figure II.66 : Géométrie de la VIS type MZS et positionnement des capteurs de pression et de température

La vis VAK est une vis à deux étages (type vis dégazeuse) (Figure II.67). Elle est composée, d'une zone d'alimentation, d'une zone de dégazage et d'une zone de compression.

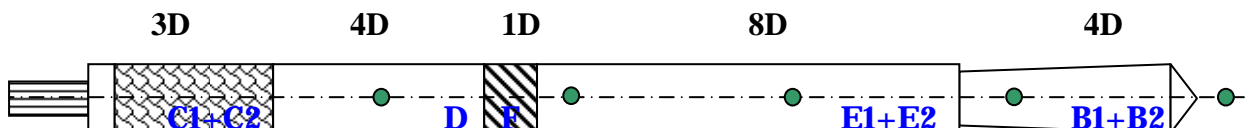


Figure II.67 : Géométrie de la VIS type VAK et positionnement des capteurs de pression et de température

II.2.2.3. La filière

La filière utilisée est une filière plate qui permettra d'extruder un profilé de section 50 x 3 mm. La Figure II.68 représente la filière utilisée pour toutes les vis de cette étude avec cette extrudeuse. Nous remarquons en bout de vis le convergent qui permet de passer d'une géométrie cylindrique (de diamètre 45 mm) à une géométrie rectangulaire (24x6 mm) sur une longueur de 80 mm. Puis nous avons dans la filière une zone où la section rectangulaire passe progressivement à 50x3 sur une longueur de 50 mm, enfin une section constante aux dimensions finales précédentes, de longueur 20 mm. Seules les mesures de DTS ont été effectuées sur une filière tube de 10 mm de diamètre et de longueur 80 mm.

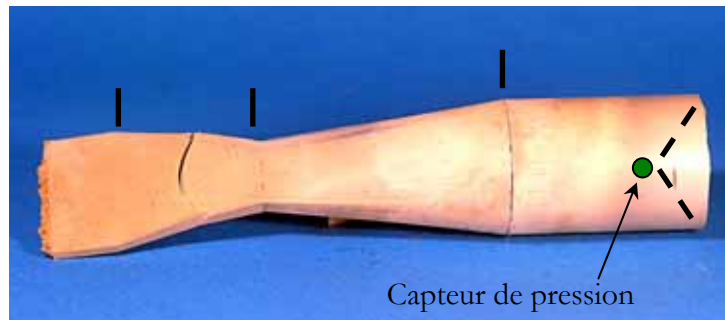
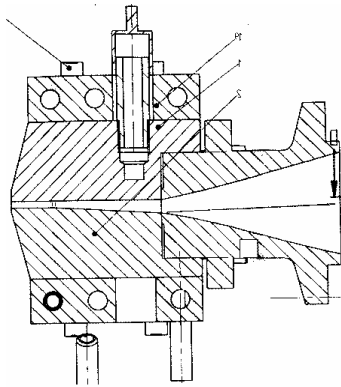


Figure II.68 : Filière plate

II.2.3. Les paramètres mesurés

II.2.3.1. La mesure des paramètres expérimentaux

Nous présenterons ici les paramètres de mesure de l'extrudeuse Collin, sachant que le principe est identique sur les deux machines.

Pour chaque essai, nous avons mesuré les valeurs des paramètres suivants :

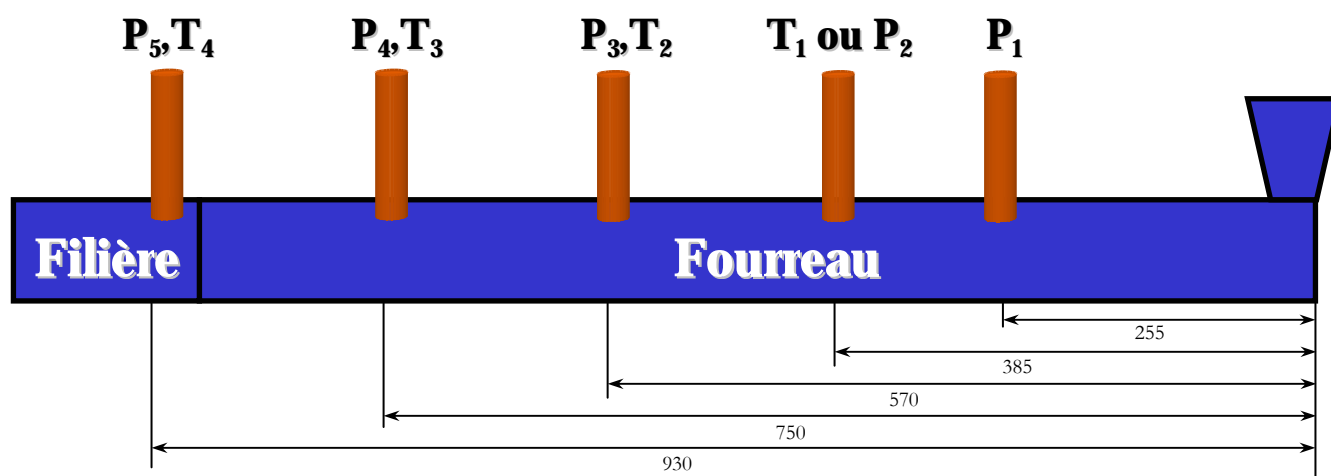
- Le débit : il est obtenu par prélèvement et pesée de l'extrudat. Une moyenne de trois ou quatre mesures est effectuée. Une durée allant de une à cinq minutes est choisie arbitrairement en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Cela nous semble suffisant au vu des premiers résultats.
- La pression et la température : elles sont mesurées en quatre ou cinq points le long du fourreau,
- La vitesse des vis,
- La vitesse du galet burreur,
- L'intensité nécessaire aux deux moteurs (vis et galet),
- Le couple.

Toutes ces mesures nous sont directement fournies par le logiciel d'acquisition FECON de l'extrudeuse. La fréquence d'acquisition est de 1 point par seconde, cette valeurs relativement importante risque de nous faire passer à coté de certaines choses. Cependant il s'agit d'une donnée intrinsèque de la machine.

Tableau II.5 : Positionnement des capteurs de pression et température

Position en mm à partir de la trémie	Capteur de pression	Capteur de température
255	Pression 1	
385	Pression 2	Température 1
570	Pression 3	Température 2
750	Pression 4	Température 3
930	Pression 5	Température 4

La position ainsi que la dénomination de chaque capteur est décrite dans le Tableau II.5 et la Figure II.69. Le capteur de pression 2 est en fait mis en lieu et place du capteur de température 1 pour certaines mesures afin d'avoir un point de mesure de plus. Nous nous sommes en effet aperçu que les mesures de température effectuées le long du fourreau n'étaient pas très bonnes. En fait, nous mesurons plus la température de régulation du fourreau que la température matière proprement dite. C'est pourquoi, dans la suite et dans la présentation des résultats, nous ne considérerons que la mesure de température manuelle, effectuée en sortie de filière, à l'aide d'un thermocouple plongé dans l'extrudat. Il faut cependant garder à l'esprit que ce mode de mesure reste un minorant par rapport à la température réelle du produit.

**Figure II.69 : Positionnement des capteurs de pression et température**

A partir des paramètres directement mesurés sur la machine, nous pouvons définir d'autres données importantes pour la compréhension du procédé :

- La puissance moteur : elle est fournie par l'équation suivante :

$$P = C \times \Omega$$

Equation II.3

- P : La puissance en W
- C : Le couple en N.m
- Ω : La vitesse de rotation de la vis en rad/s

- L'énergie spécifique : elle est définie par le rapport de la puissance et du débit massique.

$$SME = \frac{P}{Q}$$

Equation II.4

- SME : Specific Mechanical Energy en kW.h/t
- P : La puissance en kW
- Q : Le débit en t/h

II.2.3.2. Remarques sur les mesures de pression

Il est nécessaire de faire une remarque importante concernant les mesures de pression. La Figure II.70 montre un exemple de résultat pour la vis 1 à 30 tr/min. Si la mesure de la pression en tête est constante (capteur 5), celle des autres capteurs montre des fluctuations importantes. Celles-ci proviennent du gradient de pression transversal qui s'établit entre le filet avant et le filet arrière de la vis. L'exemple présenté provient de la vis 1 où le pas est constant (la largeur de chenal aussi donc). En revanche, la profondeur du chenal diminue, et le gradient de pression transversal aussi. Ceci se traduit par une diminution des oscillations entre les capteurs 1, 3 et 4. Pour la suite, nous savons donc que nos valeurs de pression ont une incertitude de l'ordre de plus ou moins 15 bars en moyenne.

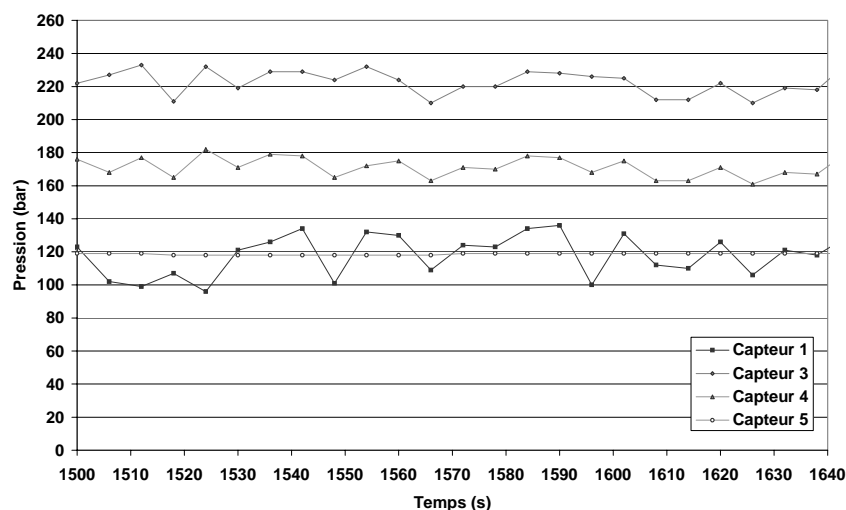


Figure II.70 : Profil de pression, vitesse de vis : 30 tr/min, vitesse de galet : 10 tr/min

La valeur de pression du capteur situé en tête de vis (dans la filière) ne varie pas beaucoup. En effet, cette zone est une zone tampon où la matière occupe toute la cavité et où il n'y a plus le passage des chenaux de vis.

La vitesse de rotation de la vis a une influence indéniable sur les oscillations. Pour des vitesses de 10, 20, 30, 60 tr/min, et quelle que soit celle du galet, nous ne pouvons discerner de périodicité, alors que pour une vitesse de vis de 45 tr/min une oscillation périodique est clairement visible (Figure II.71). La pulsation de ces dernières n'est nullement liée ni à la vitesse du galet burreur, ni à la position même du capteur de pression. En effet, pour les capteurs 1, 3 et 4, et pour des vitesses de galet de 10 ou 40 tr/min, nous mesurons une pulsation régulière de période environ 35s. De plus, la vitesse de rotation du galet burreur, n'a pas d'influence sur l'amplitude de ces oscillations. Pour le capteur 1, nous trouvons environ 37 bars d'amplitude, et respectivement 25 et 18 bars pour les capteurs 3 et 4. Nous retrouvons donc ici aussi la diminution d'amplitude que nous évoquions quelques lignes plus haut.

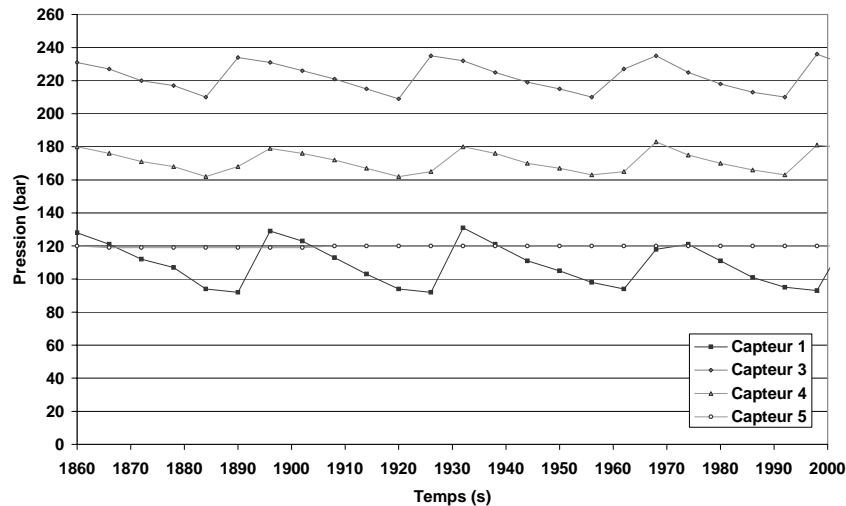


Figure II.71 : Profil de pression, vitesse de vis : 45 tr/min, vitesse de galet : 10 tr/min

Afin d'expliquer ce phénomène, il est possible de quantifier le positionnement relatif du chenal de vis et du capteur de pression Figure II.72.

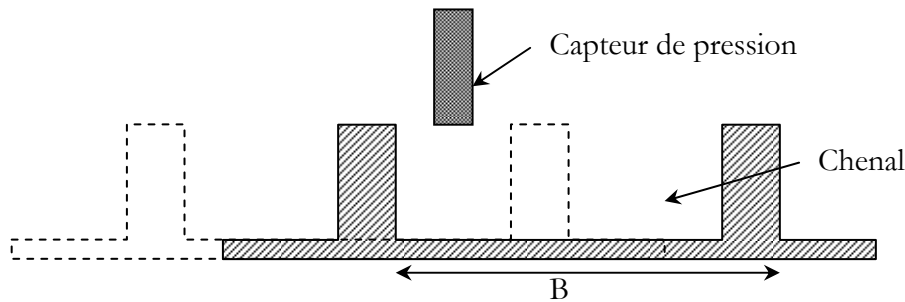


Figure II.72 : Représentation schématique du positionnement d'un capteur de pression

Le positionnement du capteur va varier d'une distance d comprise entre 0 et B . Nous définissons k ($0 < k < 1$) et $d = k.B$. k représente donc la partie décimale du nombre de tours parcourus entre deux mesures de pression :

$$k = \text{partie décimale de} \left(\frac{N}{60} \cdot (t_0 + n.T) \right) \quad \text{Equation II.5}$$

Avec N la vitesse de la vis en tr/min, T le temps entre deux mesures de pression (ici 6s), t_0 le temps initial et n le nombre de mesure. Nous pouvons ainsi représenter l'évolution de k . Nous voyons nettement sur la Figure II.73, pour 30 tr/min et la Figure II.74 pour 45 tr/min, des comportements réguliers qui ne rendent pas compte de la réalité. Par exemple à 30 tr/min, la vis fait exactement 3 tours en six secondes, à chaque mesure de pression nous nous trouvons donc exactement au même point. Nous sommes donc amenés à conclure qu'il existe de petites incertitudes sur la vitesse de rotation de la vis ou sur la pulsation qui conduisent aux relevés expérimentaux. Ainsi, en faisant varier le temps entre deux mesures (Figure II.75) ou la vitesse de rotation de la vis (Figure II.76) on obtient des résultats qui se rapprochent de la réalité. Soit la vitesse de rotation passe de 45 à 48.3 tr/min soit la pulsation de 6 à 6.44 secondes. Dans la réalité il est probable que l'incertitude se retrouve sur les deux facteurs. Cela nous permet ainsi d'expliquer pourquoi à certaines vitesses de vis nous obtenons un profil qui décrit le profil de pression transversal. Cependant rien ne nous confirme la régularité des variations de vitesses ou de pulsation. Ce qui est mis en évidence à 30 tr/min où le comportement n'est pas soumis à une règle précise.

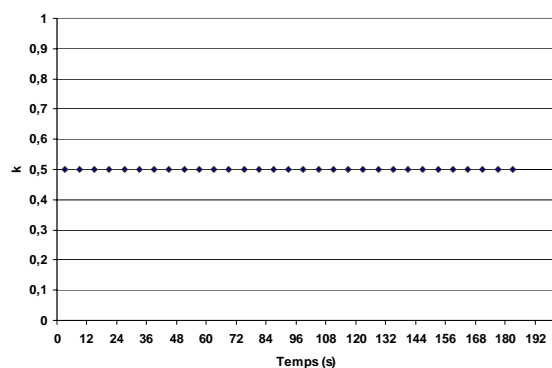


Figure II.73 : Valeur de k en fonction du temps, N=30 tr/min, $t_0=3$, T=6s

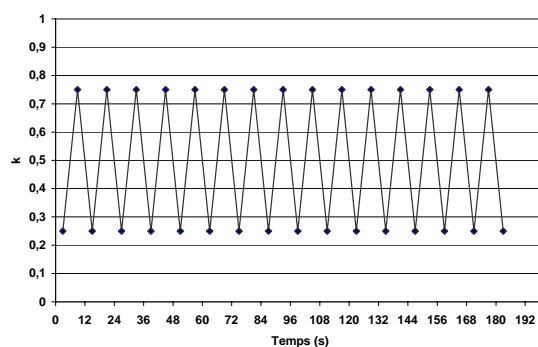


Figure II.74 : Valeur de k en fonction du temps, N=45 tr/min, $t_0=3$, T=6s

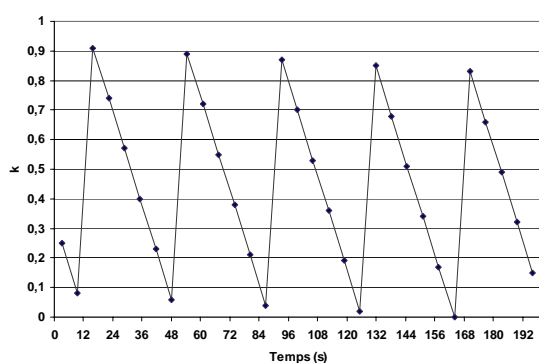


Figure II.75 : Valeur de k en fonction du temps, N=45 tr/min, $t_0=3$, T=6.44s

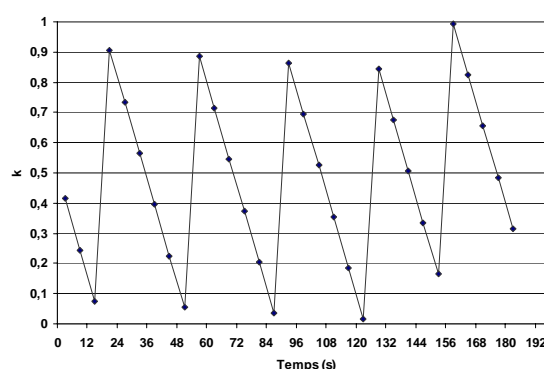


Figure II.76 : Valeur de k en fonction du temps, N=48.3 tr/min, $t_0=3$, T=6s

De plus une évaluation de ce gradient de pression nous permet de trouver des valeurs du même ordre de grandeur :

$$\Delta P = \frac{6\eta}{H^2} V_{lx} \cdot W \quad \text{Equation II.6}$$

Il est intéressant de se rendre compte que la diminution de la profondeur du chenal (H) devrait induire une augmentation du gradient de pression. Cependant, quand H diminue, en première approximation le cisaillement augmente, et la viscosité diminue. C'est cette diminution de la viscosité qui entraîne une diminution du gradient de pression. Dans l'équation ci-dessus, la compétition entre la hauteur et la viscosité a pour résultat de faire diminuer le gradient de pression. Il est intéressant de garder à l'esprit ces ordres de grandeur, puisque nous pourrions valider nos calculs transverses du chapitre simulation par ces valeurs.

Tableau II.6 : Evaluation de gradient de pression à 45 tr/min pour différents capteurs

Capteur	Hauteur (mm)	Viscosité (Pa.s)	Gradient de pression (bar)
1	5	10000	26.3
3	3.3	4000	24.2
4	3	2500	18.3

II.2.3.3. Mesure de la distribution de temps de séjour (DTS)

Deux particules toutes deux placées dans le même plan à l'entrée de l'extrudeuse, la première se situe en haut du filet arrière de la vis, la seconde au centre de la vis, n'auront pas eu le même temps de résidence dans l'extrudeuse. En généralisant à n particules, on obtient ainsi une distribution des temps de séjour exprimée de manière quantitative à l'aide d'une fonction densité notée $E(t)$, correspondant à la réponse de l'extrudeuse suite à une impulsion ou excitation :

-Soit le traceur est injecté en continu (sa quantité pouvant varier dans le temps de manière sinusoïdale).

-Soit il est introduit sous forme d'une impulsion.

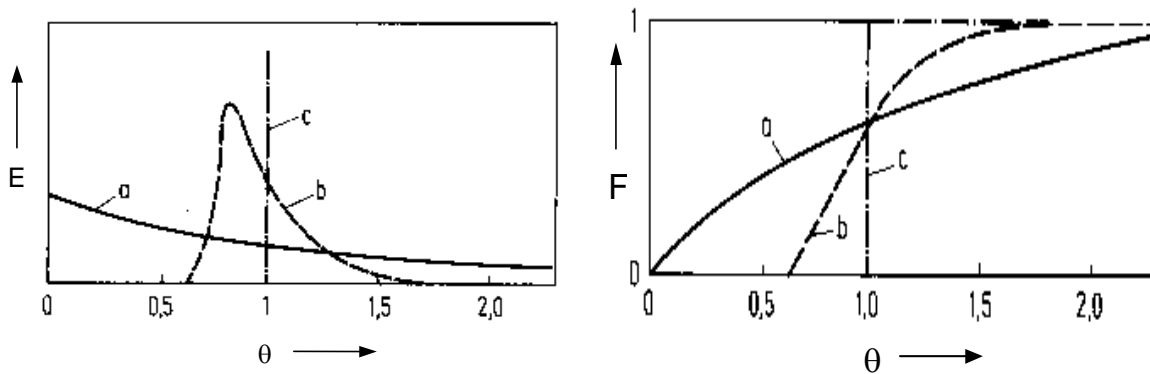


Figure II.77 : Distribution des temps de séjour et distribution cumulée: pour un mélange idéal, b: pour une extrudeuse , c: pour un écoulement bouchon

Si l'on incorpore ponctuellement une certaine quantité de traceur au niveau de la zone d'alimentation à l'instant $t=0$, la fraction de matière de concentration $c(t)$, sortant de l'extrudeuse en ayant un temps de séjour compris entre t et $t+\Delta t$, est donnée par le produit de $E(t)$ par Δt , la fonction $E(t)$ s'écrivant :

$$E(t) = \frac{C(t)}{\sum_{t=0}^t C(t) \cdot \Delta t}$$

Equation II.7

Le temps de séjour moyen est défini comme le premier moment de la distribution. Il est calculé à l'aide de la relation :

$$t_m = \int_0^{\infty} t E(t) dt = \frac{\sum_0^{\infty} t C(t) \cdot \Delta t}{\sum_0^{\infty} C(t) \cdot \Delta t}$$

Equation II.8

Le temps de séjour adimensionnel, noté θ , est donné par l'expression :

$$\theta = \frac{t}{t_m}$$

Equation II.9

La variance (définie comme le second moment centré sur t_m) permet de déterminer la largeur de la distribution. De même, on fait appel parfois au terme adimensionnel, noté σ_θ :

$$\sigma_t^2 = \int_0^\infty (t - t_m)^2 \cdot E(t) \cdot dt \cong \sum_{t=0}^\infty (t - t_m)^2 \cdot E(t) \cdot \Delta t \quad \text{Equation II.10}$$

$$\sigma_\theta^2 = \frac{\sigma_t^2}{t_m^2} \quad \text{Equation II.11}$$



Figure II.78 : Evolution du jonc lors de la mesure du temps de séjour

Le choix de la technique de mesure et du tracé est basé sur les critères suivants : le traceur ne doit pas modifier ou perturber l'écoulement, sa réponse doit être la plus élevée possible pour minimiser sa concentration.

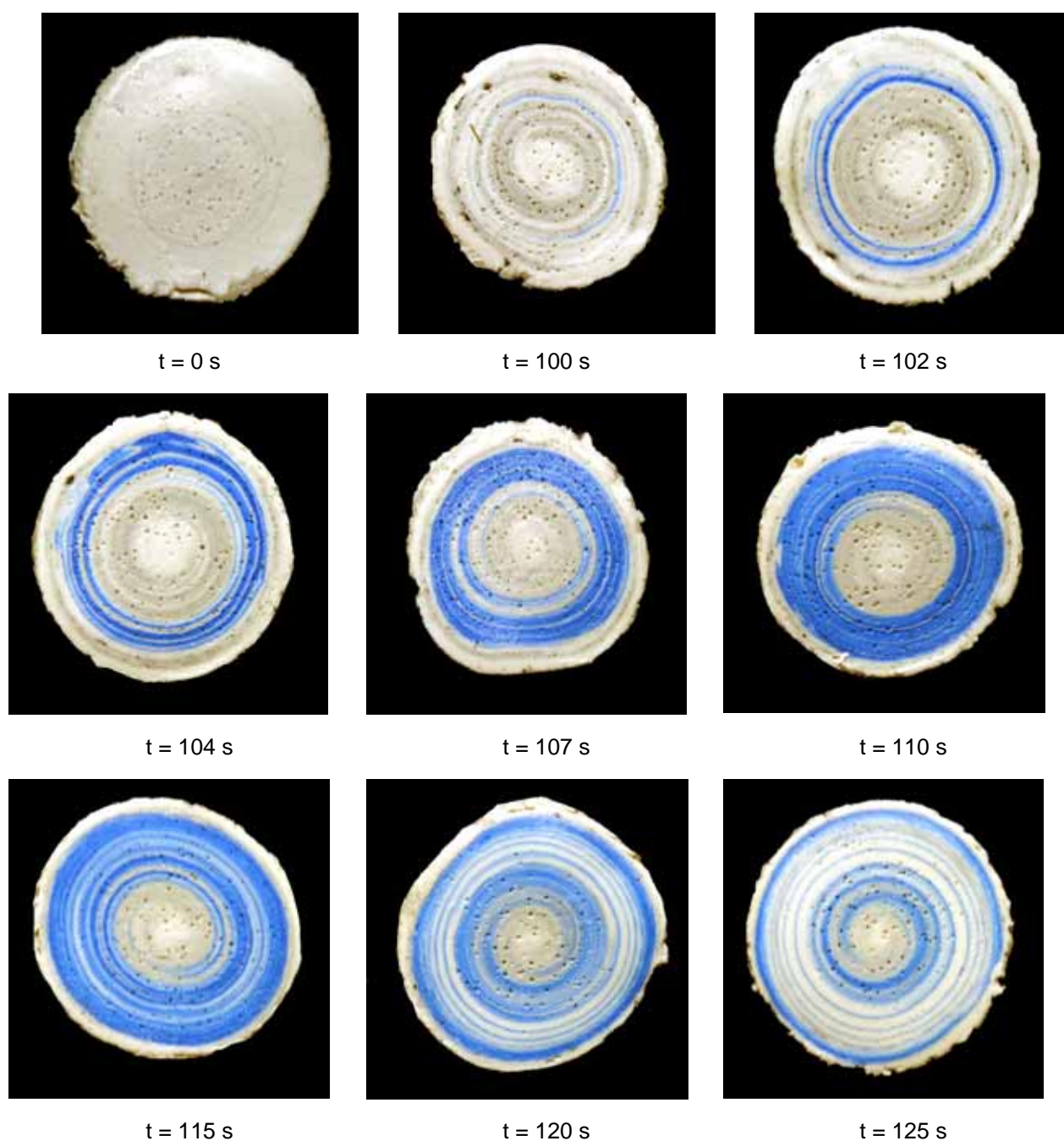
Dans notre cas, le traceur est le même produit que celui utilisé pour l'extrusion mais coloré en bleu. Par conséquent, la rhéologie est la même et les propriétés également.

Les granulés colorés sont introduits dans la trémis. Au même instant, le jonc est coupé afin de déterminer le début de l'expérience. Il est ensuite marqué manuellement à intervalles de temps réguliers (5 ou 10 secondes) pour permettre l'identification chronologique de la matière. Etant donné que la matière arrive d'abord au centre du jonc, il a été nécessaire de prélever la totalité de la matière sur une période assez longue pour permettre à la totalité de la matière colorée de sortir (Figure II.78). Le jonc est ensuite sectionné à intervalle de temps régulier en fonction des marques afin de prélever une section (Figure II.79). L'évolution de la couleur des sections est ensuite étudiée pour déterminer la distribution des temps de séjour. L'aire totale est d'abord

mesurée, puis l'aire du blanc présent dans la section, ensuite la proportion de gris est calculée (ceci pour chaque section).

La difficulté est de déterminer la frontière entre le bleu et le blanc car au bout d'un certain laps de temps, le blanc a disparu mais du bleu clair apparaît. Même si cette mesure est assez aisée, la limite étant très subjective, elle ne permet d'avoir qu'une estimation du temps de séjour. De plus, l'intensité colorée n'est pas mesurée, ce qui ne permet pas réellement de remonter à une concentration.

Sur la Figure II.78 nous voyons que le débit de l'extrudeuse est relativement constant : en effet, la longueur de chaque jonc coupé est à peu près identique. La matière collant à la paroi, c'est d'abord l'intérieur du tube qui se colore, par l'apparition d'une spirale qui se fonce et qui grossit (Figure II.79). Puis la couleur occupe ensuite la presque totalité de la section jusqu'à l'éclaircissement de la tache initiale. Pour finir, seule l'extrême surface reste colorée. Par analyse d'image, il n'est possible de quantifier la proportion de couleur par rapport au blanc que tant que la couleur est présente dans la section.



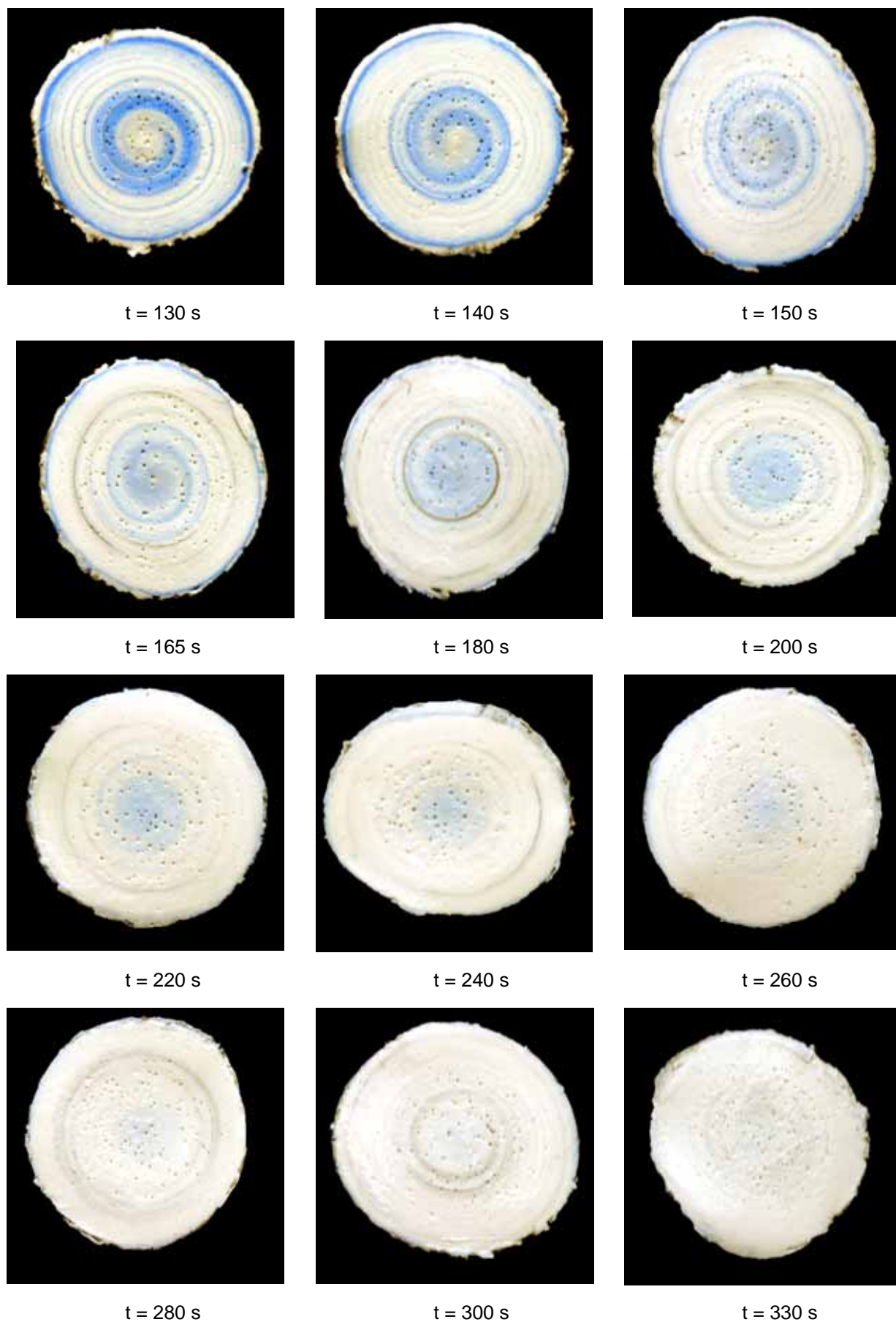


Figure II.79 : Exemple de série de section de jonc pour la détermination de la DTS

La Figure II.80 présente un exemple de résultats de distribution de temps de séjour. De plus, elle permet de mettre en évidence la reproductibilité de la technique. Même si les courbes ne sont pas parfaitement superposées, la différence est acceptable au vu du mode de dépouillement. Les futurs résultats ne seront donc pas triplés.

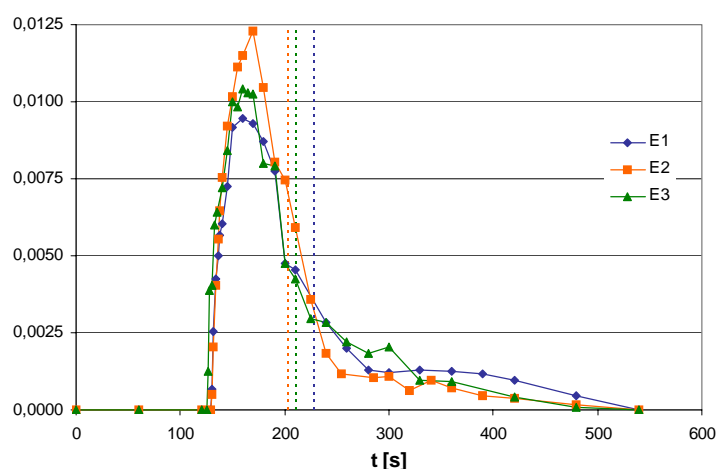


Tableau II.7 : Reproductibilité
(Vis 2, 30 tr/min, Q= 12.9 kg/h)

	E ₁	E ₂	E ₃
t ₀	130	130	127
τ	227	203	210
σ ²	7814	4580	5153

Figure II.80 : Reproductibilité (Vis 2, 30 tr/min, Q= 12.9 kg/h)

II.2.4. Formulaire

Les formules qui suivent vont nous permettre l'interprétation des différents graphiques de pression. En effet, l'utilisation de modèles simples permet d'expliquer et de comprendre beaucoup de choses, ou du moins de mettre en évidence des variations. C'est ce que nous allons tenter de faire. Nous mettons ces formules en début d'interprétation à des fins pratiques, afin de les retrouver facilement.

II.2.4.1. Calcul en filière

Nous assimilerons l'écoulement dans la filière à un écoulement de Poiseuille plan, la perte de charge s'effectuant principalement dans la zone fine, d'épaisseur 3 mm. Ainsi nous simplifierons notre filière à la géométrie suivante (Figure II.81).

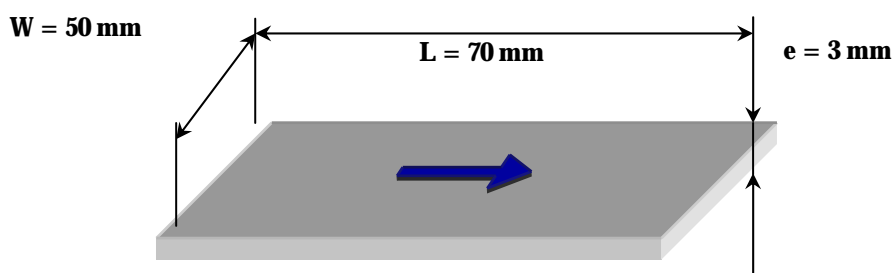


Figure II.81 : Géométrie de filière simplifiée

La perte de charge pour un comportement pseudo-plastique est donnée par :

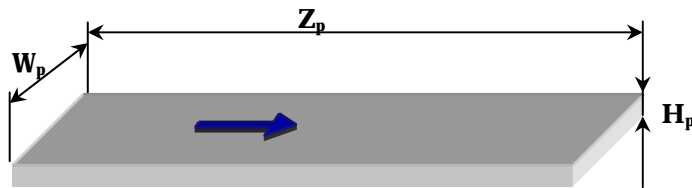
$$\Delta P = 2.K.L.\left(\frac{Q}{W} \cdot \frac{2.(2.m+1)}{m}\right)^m . e^{-(1+2m)}$$

Equation II.12

Q :	le débit en m ³ /s	e :	L'épaisseur de la filière : 3.10 ⁻³ m
W :	La largeur de la filière : 50.10 ⁻³ m	ΔP :	La perte de charge dans la filière en Pa
L :	La longueur de la filière : 70.10 ⁻³ m	K,m :	Paramètres rhéologiques

II.2.4.2. Calcul dans la zone de pompage de la vis

Comme nous l'avons déjà décrit, la zone de pompage des vis 1 et 2 offre les caractéristiques suivantes :



	Vis 1	Vis 2
W _p (mm)	38.38	11.92
H _p (mm)	3	6
Z _p (mm)	890	1517

Figure II.82 : Géométrie de la zone de pompage

En extrusion, le débit est bien évidemment conservé, le débit d'alimentation est égal au débit de sortie. Ce débit Q dans la zone de pompage est la somme d'un débit de cisaillement, Q_c, débit maximal de la zone de pompage que l'on obtiendrait en l'absence de filière, et d'un débit de contre pression Q_{cp}, qui dépend de la surpression à la fin de la zone de pompage, donc de la filière. Il est important de signaler que, comme nous ne sommes pas dans un cas newtonien, ces deux débits ne sont pas simplement additifs. Par contre, l'usage d'un tel formalisme rend compte aisément des mécanismes mis en jeu.

$$Q = Q_c + Q_{cp} \quad \text{Equation II.13}$$

$$Q_c = W \frac{V_{1z}}{2} H_p \quad \text{Equation II.14}$$

$$Q_{cp} = W_p \cdot \frac{H_p^3}{12\eta} \cdot \frac{\Delta P}{Z_p} \quad \text{Equation II.15}$$

Avec :

- Q_c : Le débit de cisaillement en m³/s
- Q_{cp} : Le débit de contre pression en m³/s
- V_{1z} : La vitesse relative du fourreau en m/s

II.3. Comment fonctionne une extrudeuse à caoutchouc

Dans ce paragraphe, nous allons tenter de décrire le fonctionnement d'une extrudeuse à caoutchouc. Pour ce faire, nous allons étudier l'influence de chacun des paramètres suivants :

- La vitesse de rotation du galet bourreur,
- La vitesse de rotation de la vis,

- La température de régulation du fourreau,
- La température de régulation de la vis.

Dans chaque cas, nous présenterons les résultats intéressants et révélateurs du paramètre variable choisi. Nous avons effectué ces essais sur plusieurs vis et différents mélanges. Nous ne décrivons ici que les essais effectués sur la vis 2, pour le mélange A. Il faut noter que les résultats, ainsi que les évolutions, sont qualitativement identiques d'une vis à l'autre. Il est donc possible de décrire le principe de fonctionnement de l'extrudeuse à caoutchouc en général (les résultats expérimentaux concernant les autres vis sont donnés en annexes.)

II.3.1. Influence du galet burreur

Le but de cette série d'expériences est de mettre en évidence l'influence de la vitesse de rotation du galet burreur. Pour ce faire, nous allons conserver tous les paramètres identiques, à l'exception de la vitesse de rotation du galet burreur. Le plan d'expérience est rappelé dans le tableau suivant, ainsi que les valeurs de chaque paramètre.

Tableau II.8 : plan d'expérience pour la variation de vitesse du galet burreur

Vitesse de rotation de la vis	30 tr/min	Expérience 1 :	0 tr/min
		Expérience 2 :	3 tr/min
Température de régulation de la vis	60°C	Expérience 3 :	5 tr/min
		Expérience 4 :	10 tr/min
Température de régulation du fourreau	60°C	Expérience 5 :	20 tr/min
		Expérience 6 :	30 tr/min

Nous nous sommes aperçu lors du dépouillement des résultats que la vitesse du galet burreur n'avait pas d'influence sur la température de sortie de la matière, en revanche elle affecte les valeurs de débit et de pression.

II.3.1.1. Le débit

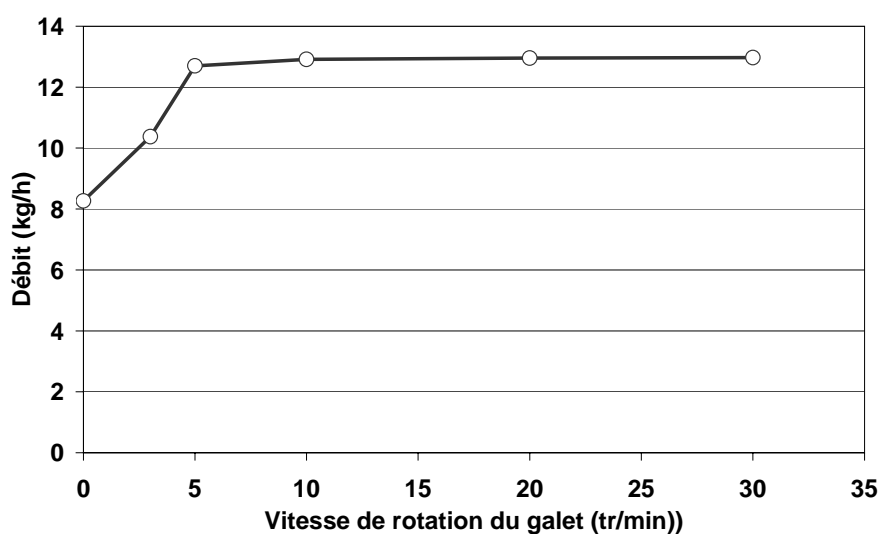


Figure II.83 : Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet burreur

Comme le montre la Figure II.83, pour une vitesse de vis donnée, le débit augmente avec la vitesse du galet bourreur, pour se stabiliser à une valeur maximale : soit 13 kg/h avec une vis qui tourne à 30 tr/min. On retrouve des résultats similaires à ceux trouvés dans la bibliographie. On peut supposer que lorsque la zone d'alimentation est remplie, la vis ne pourra débiter plus, ce qui explique cette stagnation du débit au-delà d'une certaine valeur de vitesse de galet bourreur (10tr/min).

A partir de 10 tr/min, la reproductibilité des mesures de débit est bonne. Les variations sur les mesures de débit diminuent avec l'augmentation de la vitesse du galet bourreur.

II.3.1.2. Les pressions

L'allure des profils de pression le long de la vis (Figure II.84), est la conséquence directe de ce que nous venons de mettre en évidence sur le débit. En effet, pour une valeur de vitesse de galet bourreur nulle ou faible, 3tr/min, nous ne remplissons pas totalement la vis. En revanche, pour des valeurs supérieures, soit à partir de 5tr/min, nous pouvons supposer que la vis est totalement remplie. Le profil de pression est décroissant dans la zone de pompage terminale.

La vitesse du galet n'intervient pas ou très faiblement sur la valeur de pression en tête de vis. En revanche, nous pouvons noter une faible augmentation de la pression pour le premier capteur avec une augmentation de la vitesse du galet bourreur. Cette observation peut également être faite pour le capteur 3, mais la dépendance s'estompe (capteur 4), pour disparaître au cinquième capteur situé en tête de vis. Tentons maintenant d'interpréter ces observations :

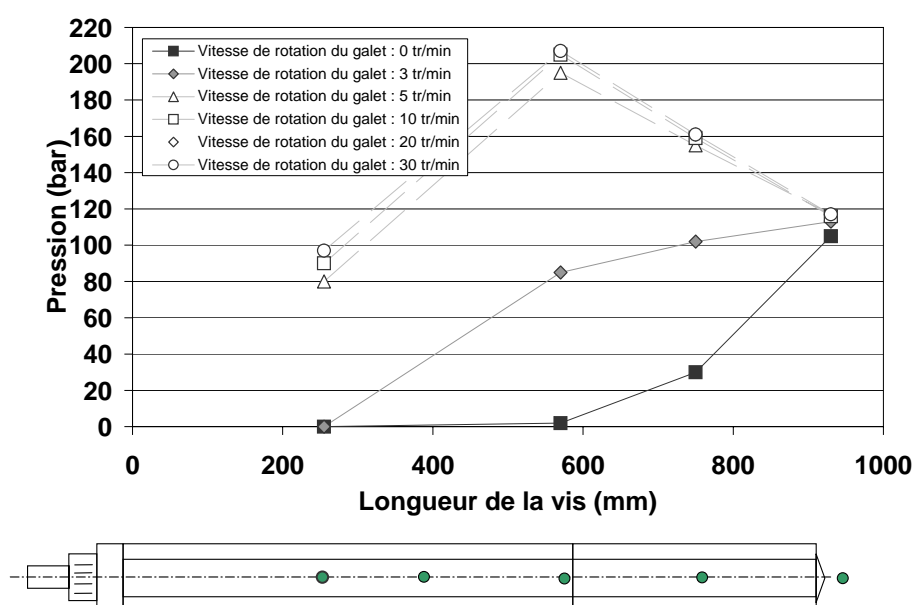


Figure II.84 : Profil de pression le long de la vis en fonction de la vitesse de rotation du galet bourreur

Tout d'abord, grâce aux équations du paragraphe II.2.4.1, page 129, vérifions pourquoi la pression en tête (capteur 4) ne change pas. A partir des valeurs de débit expérimentales, nous calculons analytiquement la perte de charge dans la filière.

Pour une vitesse du galet de 30 tr/min, nous avons un débit de 13 kg/h et une température en sortie de filière de 80 °C : nous obtenons une perte de charge de 121 bar. De même, pour une vitesse du galet nulle, nous avons un débit de 8,3 kg/h et une température en sortie de filière de 80 °C : nous obtenons 115 bar.

Le débit et la température demeurant quasiment constants pour des vitesses de rotation du galet bourreur comprises entre 10 et 30 tr/min, la perte de charge résultante sera par conséquent la même.

Ainsi nous venons de montrer que la pression en tête demeurait constante pour les vitesses de galet supérieures à 10 tr/min (débit constant), et ne variait pas significativement (de l'ordre de 5 bars maximum) pour des valeurs de vitesse inférieures.

Les équations du paragraphe II.2.4.2 page 130 nous permettent de comprendre le changement des allures des courbes de pression, variation positive à 0 et 3 tr/min et négative au delà de 5 tr/min.

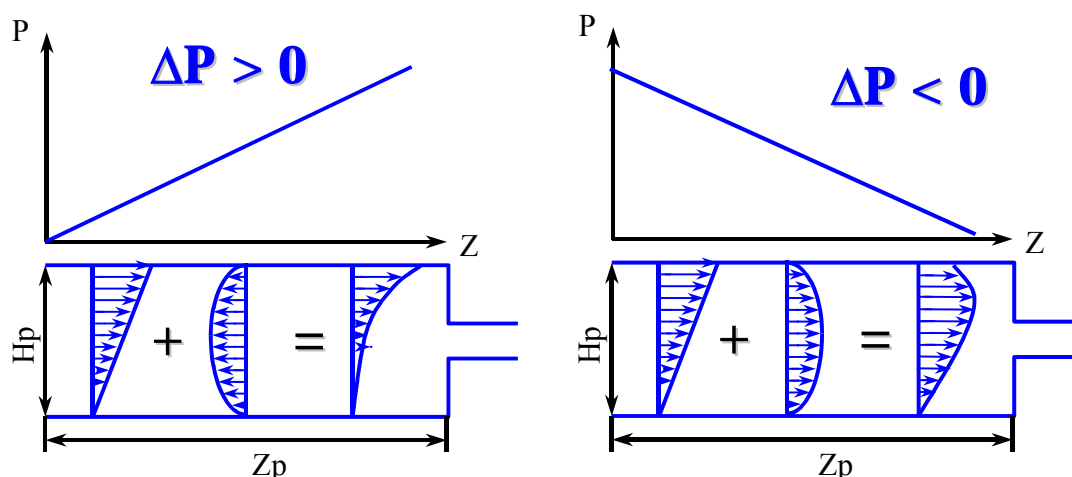


Figure II.85 : Profil de pression et de vitesse dans une zone de pompage

La vitesse de rotation de la vis est conservée constante pendant tous les essais, le débit de cisaillement Q_c est donc lui aussi conservé et égal à 11 kg/h.

Pour une vitesse du galet de 0 tr/min, nous avons un débit de 8 kg/h, nous obtenons donc un débit de pression de 3 kg/h, correspondant à une mise en pression.

Pour une vitesse du galet de 30 tr/min, nous avons un débit de 13 kg/h, donc un débit de pression de 2 kg/h, correspondant à une perte de charge.

Ainsi, nous mettons bien en évidence pourquoi, avec une variation de la vitesse de rotation du galet bourreur et donc une variation du débit dans la zone de pompage, nous avons des profils de pression radicalement différents.

II.3.1.3. Le remplissage de la vis



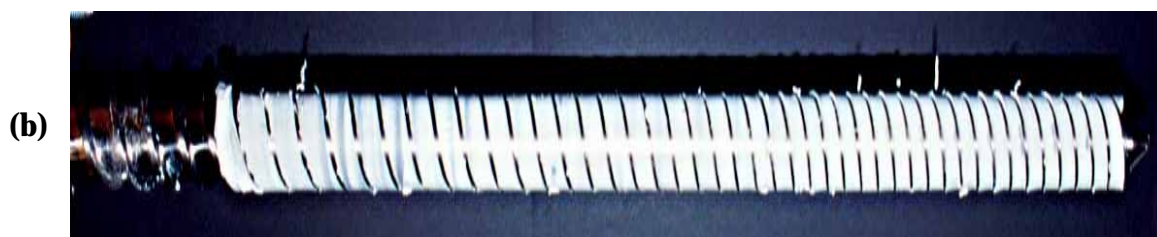


Figure II.86 : Remplissage partiel (a) et total (b) de la vis, vitesse du galet de 0 et 30 tr/min

Les photographies des démontages de vis (Figure II.86), nous permettent de bien visualiser le remplissage partiel de la vis pour une valeur nulle de la vitesse de rotation du galet bourreur. Ces images sont en accord avec les résultats de la Figure II.84, où les pressions nous permettaient de conclure à un sous remplissage de vis.

Bien évidemment, ces sous remplissages conduisent comme nous l'avons vu à une diminution du débit, mais également à la diminution de la puissance nécessaire à la rotation de la vis.

II.3.1.4. Conclusion

De cette étude sur l'influence du galet bourreur, nous retiendrons un point essentiel pour la suite des expérimentations : il est inutile de faire tourner le galet aussi vite que la vis. En revanche, il faut qu'il tourne suffisamment vite pour remplir la vis. Une fois la vis remplie, la vitesse du galet n'a plus d'influence, ni sur les pressions, ni sur le débit, ni sur la température d'ailleurs. En conséquence, la puissance demeure elle aussi identique. Ainsi nous voyons que, quelle que soit la vitesse de rotation de la vis, si le galet tourne entre 15 et 20 tr/min, nous satisferons toujours aux exigences de remplissage. Ainsi pour les expériences futures, nous fixerons la vitesse du galet à 30 tr/min, nous garderons ainsi une marge de sécurité pour la conservation du débit.

Nous voyons donc qu'industriellement, avoir un galet bourreur qui tourne à la même vitesse que la vis, ce qui est couramment utilisé en production, n'est pas dénué de sens. Il serait certainement possible de réduire un peu la vitesse, mais en procédant ainsi les machines sont moins complexes, et offrent une garantie de remplissage correct de la vis.

II.3.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis

Le but de cette série d'expériences est de mettre en évidence l'influence de la vitesse de rotation de la vis.

Tableau II.9 : plan d'expérience pour la variation de vitesse de la vis

Vitesse de rotation du galet bourreur	30 tr/min	Expérience 1 :	10 tr/min
		Expérience 2 :	20 tr/min
Température de régulation de la vis	60°C	Expérience 3 :	30 tr/min
		Expérience 4 :	40 tr/min
Température de régulation du fourreau	60°C	Expérience 5 :	50 tr/min
		Expérience 6 :	60 tr/min

II.3.2.1. Le débit

La Figure II.87 présente l'évolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Comme nous pouvons le voir, le débit est bien évidemment supérieur lorsque la vis tourne plus vite. L'évolution est quasiment linéaire. Nous atteignons un débit maximal de 24 kg/h, pour une vitesse de rotation de 60 tr/min. Les mesures sont parfaitement reproductibles.

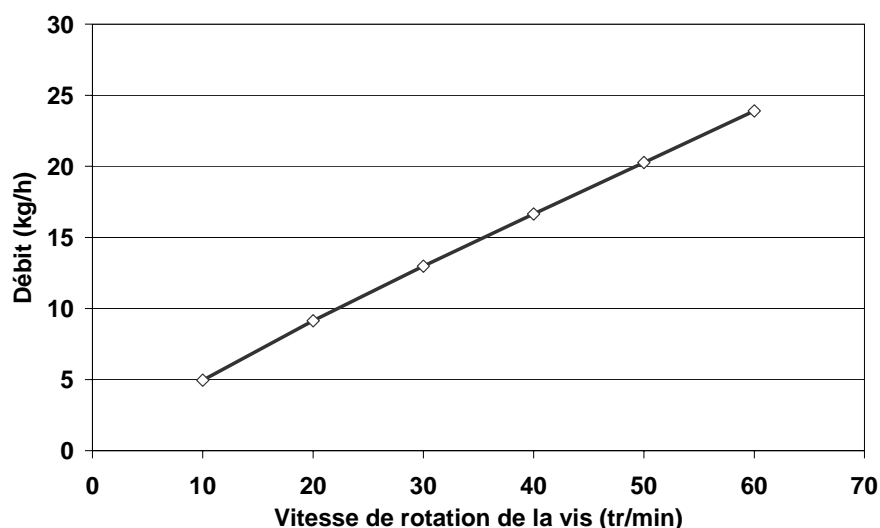


Figure II.87 : Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis

II.3.2.2. La température

Sur la Figure II.88, nous pouvons nous rendre compte de l'influence de la vitesse de rotation de la vis sur la température en sortie de filière. L'évolution semble être relativement linéaire. Entre 10 et 60 tr/min, la température augmente de 30°C. On peut imaginer que cette augmentation est liée aux effets dissipatifs plus importants à forte vitesse de rotation.

Il est important de préciser qu'atteindre 100°C pour une vitesse de 60 tr/min n'est pas très raisonnable. En effet, plus la température est élevée, plus nous risquons d'initier la réaction de vulcanisation (réticulation), ce qui pourrait induire de petits granulats dans l'extrudat, qui ne serait donc plus utilisable industriellement parlant.

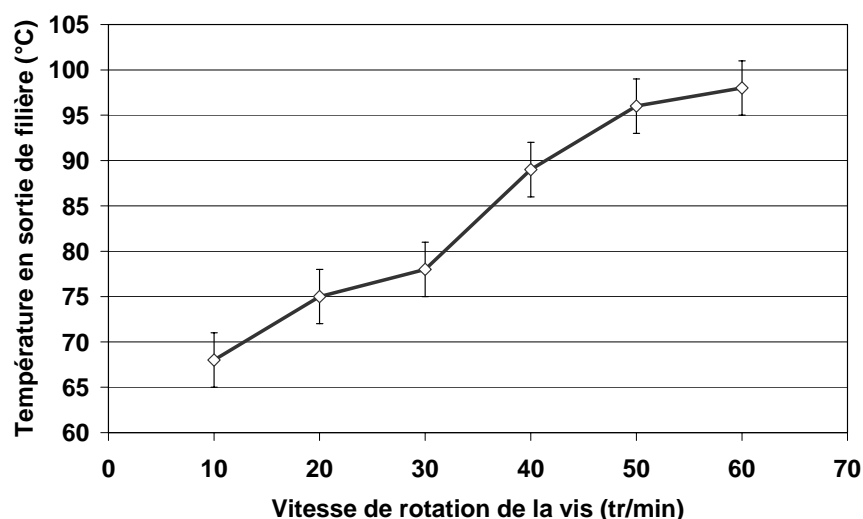


Figure II.88 : Evolution de la température en sortie de filière en fonction de la vitesse de rotation de la vis

II.3.2.3. Les pressions

La Figure II.89, qui présente les profils de pression le long de la vis, montre une relative stagnation des valeurs de pression avec l'augmentation de la vitesse de vis. De plus, nous voyons que la pression diminue sur la partie terminale de la vis puisqu'elle passe de 200 bars pour le capteur 3 à 120 bars pour le cinquième capteur placé en tête de vis. Nous avons donc dans tous les cas un gradient de pression quasi identique et négatif.

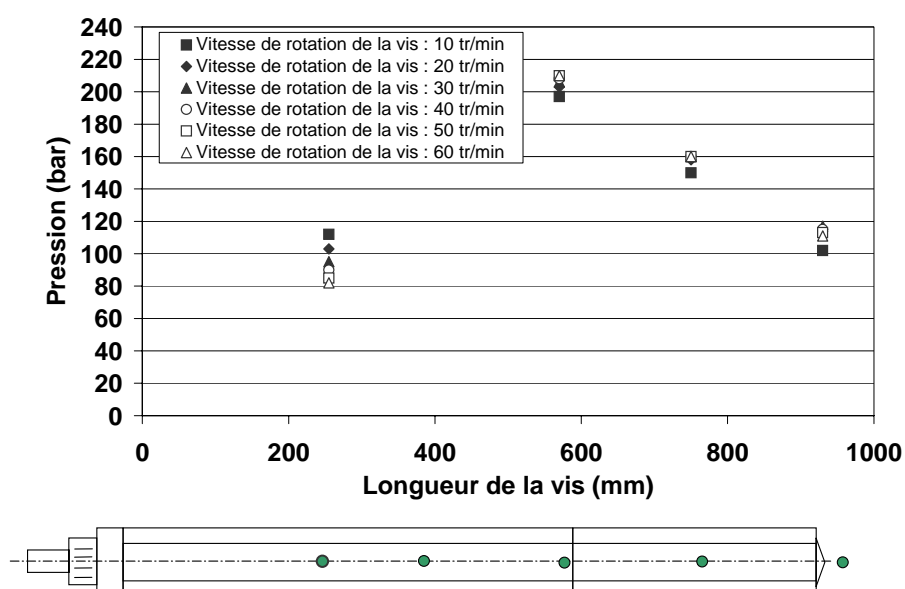


Figure II.89 : Evolution du profil de pression en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Lorsque la vitesse passe de 10 à 60 tr/min, le débit est multiplié par 5. On s'attendrait donc à des variations importantes de la pression.

Intéressons nous au dernier capteur situé en tête de vis, et calculons analytiquement la perte de charge dans la filière. Ces résultats sont données dans le Tableau II.10.

Tableau II.10 : Valeurs des paramètres calculés pour différentes vitesses de vis

Paramètres calculés	Valeurs	
Vitesse vis (tr/min)	10	60
Débit (kg/h)	5	24
Température matière (°C)	68	98
ΔP (bars)	117.4	116.5

Nous montrons ainsi que l'augmentation de la vitesse de la vis n'a pas d'influence sur la pression en tête, la perte de charge dans la filière reste identique. L'accélération de la vitesse de la vis induit une augmentation du débit, mais aussi une augmentation de la température matière.

La pression quasi constante est due à la fois à l'augmentation de la température, qui fait légèrement chuter la viscosité, mais surtout à la valeur de l'indice de pseudo-plasticité, qui atténue très fortement l'effet du débit sur la pression.

Expliquons maintenant la forme du profil de pression. Le calcul du débit de cisaillement dans la zone de pompage est donné dans le Tableau II.11.

Tableau II.11 : Valeurs des paramètres calculés pour différentes vitesses de vis

Vitesse de rotation	Q	Q _c (kg/h)
10	5	3.7
20	9.1	7.4
30	13	11
40	16.5	14.7
50	20.3	18.4
60	24	22.1

Quelle que soit la vitesse de rotation de la vis, nous obtenons un débit de cisaillement inférieur au débit de l'extrudeuse. Le débit de pression est donc positif, induisant un gradient de pression négatif, et la pression décroît dans la zone de pompage de la vis.

Nous pouvons expliquer aisément le fait que nous obtenions un profil de pression en cloche dans la zone de compression. Le pas de la vis diminue et le chemin offert à la matière est de plus en plus étroit. Si nous effectuons l'hypothèse classique de la vis fixe et du fourreau tournant et que nous développons le chenal de la vis, nous obtenons la géométrie équivalente présentée Figure II.90. W_0 , W_1 et W_2 correspondent aux largeurs de chenal respectivement pour les capteurs 1, 3 et 4. Le calcul du débit de pression pour chacune de ces largeurs à 30tr/min, donne respectivement 17.6, 12.9 et 11.1 kg/h. La comparaison avec le débit global (13kg/h) explique bien pourquoi en amont du second capteur la pression augmente, tandis qu'elle diminue en aval.

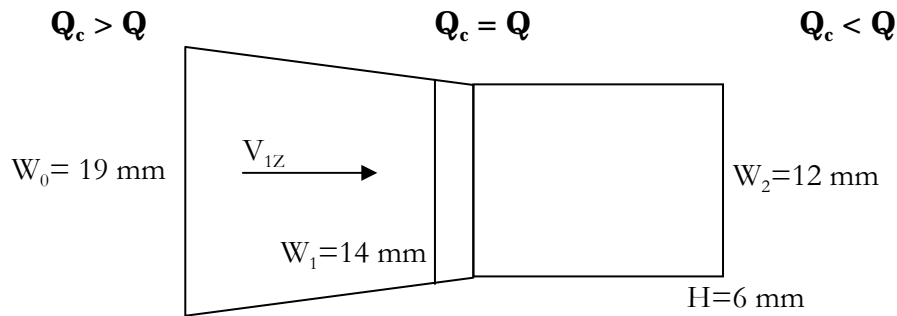


Figure II.90 : Géométrie déroule de la vis

Si l'on suppose que la pression est nulle au début et à la fin de la zone, il existe un point où la vitesse varie linéairement ($Q_c = Q$). En amont de ce point, le profil de vitesse est concave, du fait de la continuité du débit : il y a élévation de pression. En aval du point, c'est le phénomène inverse qui se produit et il y a diminution de pression. En effet un écoulement de cisaillement simple, dans une telle géométrie, ne permet pas d'assurer la continuité du débit. Pour cela, il est nécessaire que le rétrécissement provoque une mise en pression qui induit un profil de Poiseuille en amont et en aval du rétrécissement. Nous obtenons donc un pic de pression avec un maximum au point sus mentionné.

II.3.2.4. La puissance et l'énergie spécifique

Le couple (Figure II.91) évolue très peu avec de la vitesse de rotation de la vis. Cela a pour conséquence que l'évolution de la puissance du moteur en fonction de la vitesse de rotation des vis est linéaire (Figure II.92). On atteint pour cette vis 5,5 kW pour une vitesse de 60 tr/min, ce qui correspond environ à la moitié de la puissance moteur disponible.

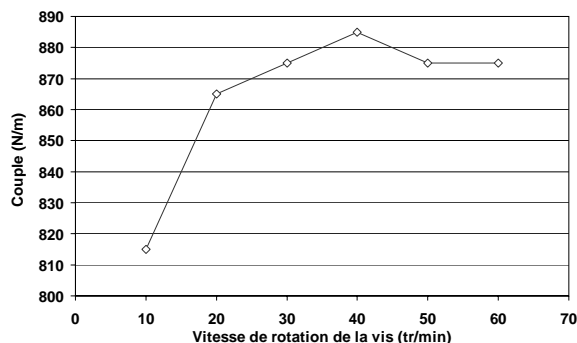


Figure II.91 : Evolution du couple en fonction de la vitesse de rotation de la vis

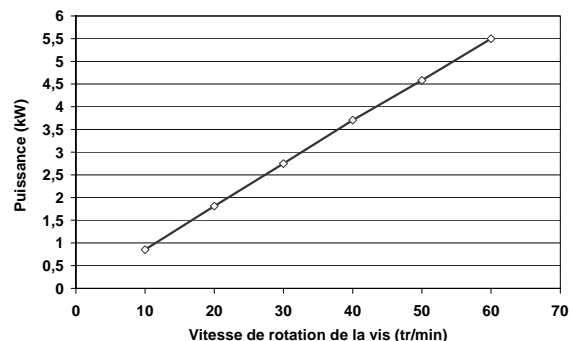


Figure II.92 : Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

La Figure II.93 présente l'évolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de vis. Si le débit et la puissance variaient linéairement avec la vitesse, l'énergie spécifique demeurerait constante. Or le débit n'évolue pas exactement linéairement. Ainsi, la SME, qui est le rapport des deux, augmente légèrement.

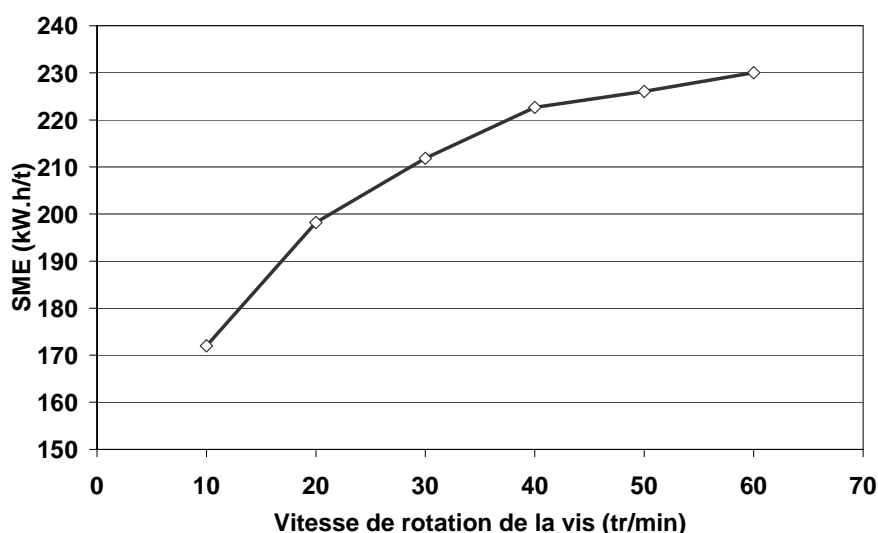


Figure II.93 : Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

A partir de l'équation de la chaleur nous pouvons obtenir l'échauffement dans la vis :

$$\Delta T = \frac{SME}{C_p} + h_{TF} \frac{(T_F - T)}{C_p \cdot Q} \cdot S_{eF} + h_{TV} \frac{(T_V - T)}{C_p \cdot Q} \cdot S_{eV} \quad \text{Equation II.16}$$

Avec T_F la température du fourreau, T_V la température de la vis, T la température du mélange, S_{eF} , et S_{eV} , les surfaces d'échange au niveau du fourreau et de la vis, Q le débit, h_T les coefficients de transfert thermique pour la vis et le fourreau et C_p la capacité calorifique, ($C_p = 1427 \text{ J/}^\circ\text{C.kg}$).

Si nous étions en condition adiabatique ($h_{TF}=h_{TV}=0$), nous obtiendrions la Figure II.94, pour l'évolution du ΔT en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Pour l'énergie fournie, les valeurs de ΔT varient entre 400 et 600°C : cela signifie que le transfert thermique est donc très important dans tous les cas.

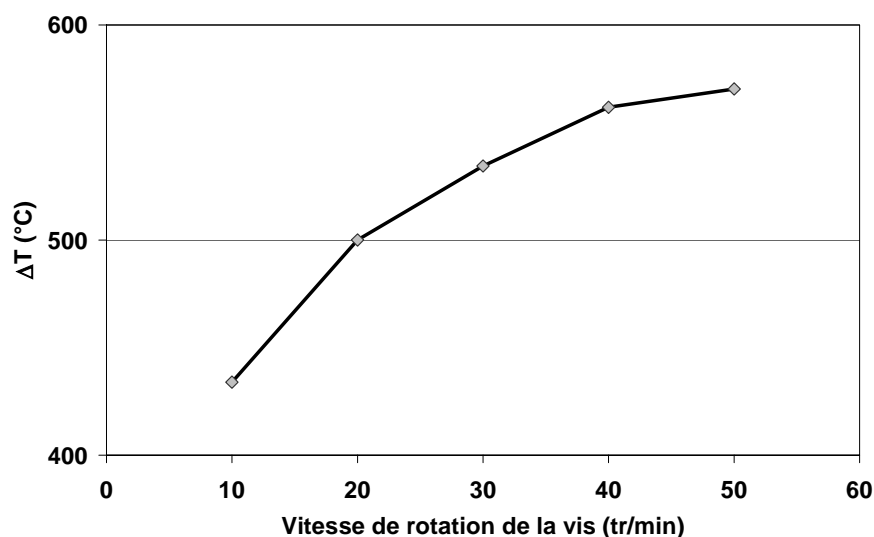


Figure II.94 : Evolution du ΔT en fonction de la vitesse de rotation de la vis

En fait, et contrairement à ce que l'on pourrait penser, l'élévation de température quand on augmente la vitesse de rotation n'est pas dû à un échauffement plus important, mais plutôt à un transfert thermique moins efficace. En d'autres mots : à fort débit la régulation ne peut plus jouer

son rôle, la matière passe trop vite dans le fourreau pour avoir le temps d'être correctement refroidie.

II.3.2.5. Temps de séjour

Les résultats de distribution de temps de séjour sont consignés à la Figure II.95 et le Tableau II.12. Nous obtenons des résultats tout à fait classiques [73] [91], où l'augmentation de la vitesse de rotation de la vis conduit à une diminution du temps minimal, du temps moyen et de la variance.

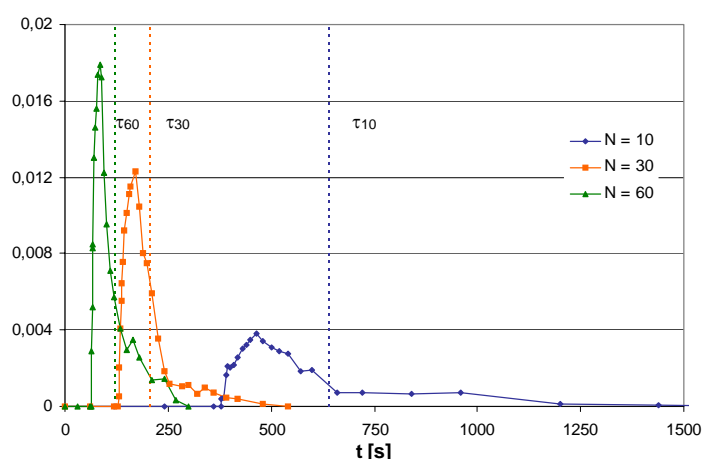


Tableau II.12 :
Caractéristiques

	10 tr/min	30 tr/min	60 tr/min
Q	4.9	12.9	24.8
t_0	380	130	65
τ	639.8	203.3	118
σ^2	49100	4580	2279

Figure II.95 : Distribution du temps de séjour pour différentes vitesses de vis

Le temps de séjour moyen dans une extrudeuse entièrement remplie est le rapport du volume total de matière sur le débit. Le volume est obtenu par le calcul du volume de la géométrie déroulé de la vis : 407 cm³ (les congés de raccordement ou jeu vis/fourreau ne sont pas pris en compte). Ainsi nous pouvons comparer les temps de séjour moyens expérimentaux et théoriques (Figure II.96). L'accord entre les deux est très satisfaisant, malgré les diverses approximations.

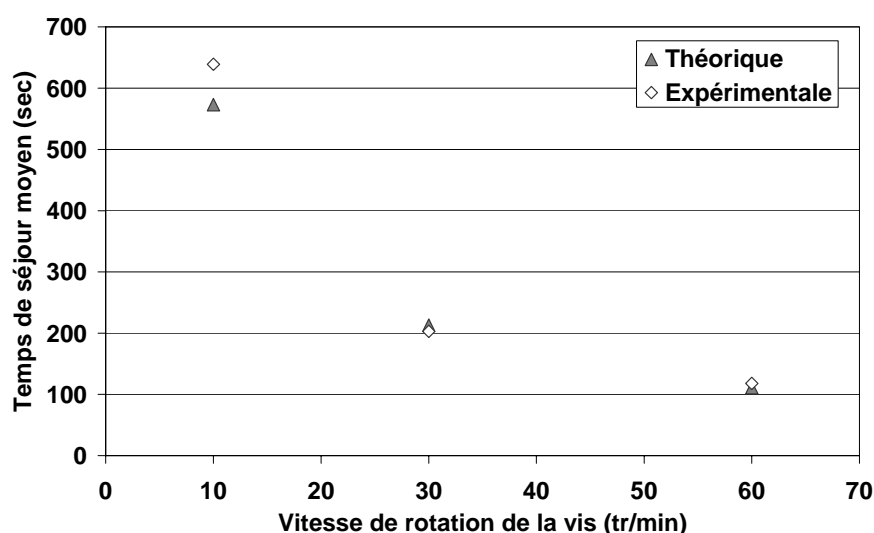


Figure II.96 : Comparaison des temps de séjour moyens et expérimentaux

II.3.2.6. Conclusion

Cette étude sur l'influence de la vitesse de rotation de la vis sur les différents paramètres machine nous fait aboutir aux conclusions suivantes. Le débit varie presque linéairement avec la vitesse de rotation de la vis. Nous pouvons atteindre avec cette vis 24 kg/h à 60 tr/min. La température matière augmente aussi linéairement avec la vitesse de rotation de la vis. En revanche, cette augmentation de débit n'entraîne pas d'augmentation de pression (aussi bien dans la filière que dans la vis). La vitesse de la vis ne va pas avoir d'influence sur le couple, la puissance augmente donc linéairement, la vis étant toujours complètement remplie. En conséquence l'énergie spécifique aura tendance à rester constante. Cela nous a permis de mettre en évidence l'importance du transfert thermique. L'échauffement de la matière n'est pas dû essentiellement au cisaillement plus intense à forte vitesse, mais plutôt à un transfert thermique avec le fourreau moins efficace à haut débit.

II.3.3. Influence de la température de régulation de la vis

Le but de cette série d'expériences est de mettre en évidence l'influence la température de régulation de la vis. Pour ce faire, nous allons conserver tous les paramètres identiques, à l'exception de la température de régulation de la vis.

Tableau II.13 : plan d'expérience pour l'influence de la température de régulation de la vis

Vitesse de rotation du galet bourreur	30 tr/min	Expérience 1 :	20°C
Vitesse de rotation de la vis	30 tr/min	Expérience 2 :	60°C
Température de régulation du fourreau	60°C	Expérience 3 :	120°C

II.3.3.1. Le débit

La Figure II.102 présente l'évolution du débit en fonction de la température de régulation de la vis. Nous voyons une nette augmentation du débit avec une augmentation de la température de régulation. Ce phénomène est intéressant puisqu'il peut permettre d'augmenter ou plutôt d'ajuster le débit, en jouant uniquement sur la température de régulation de la vis.

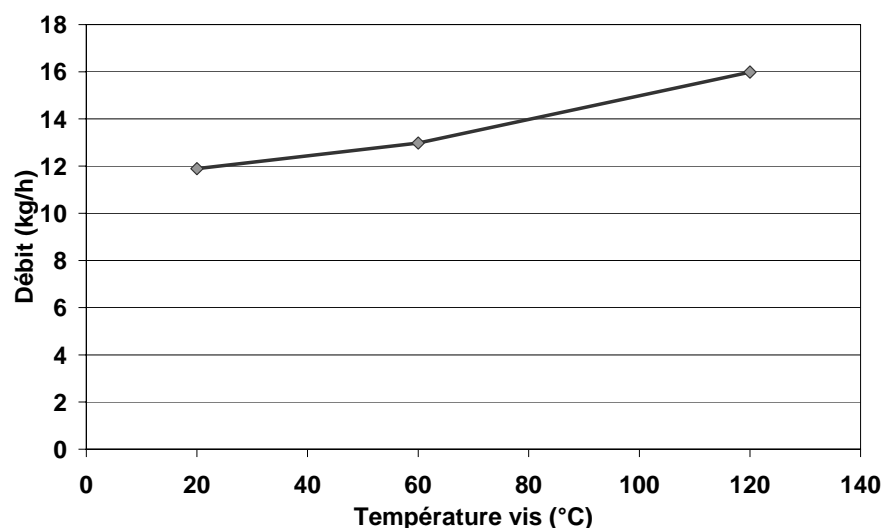
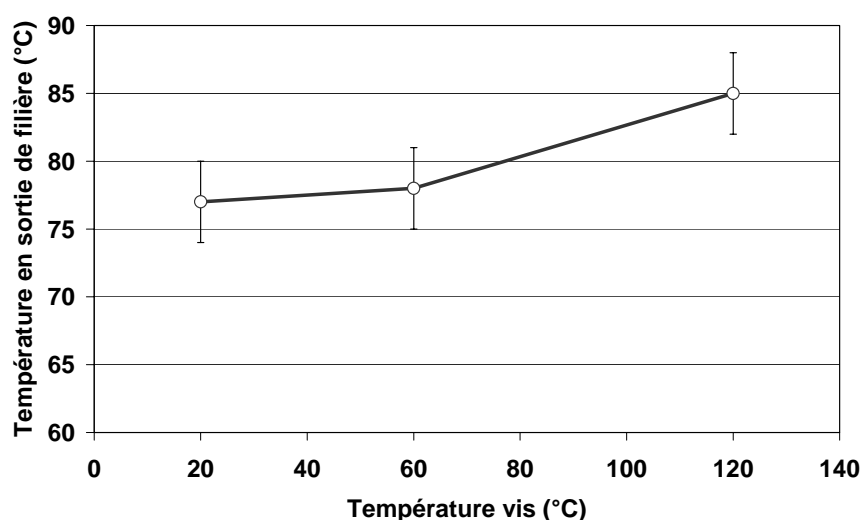
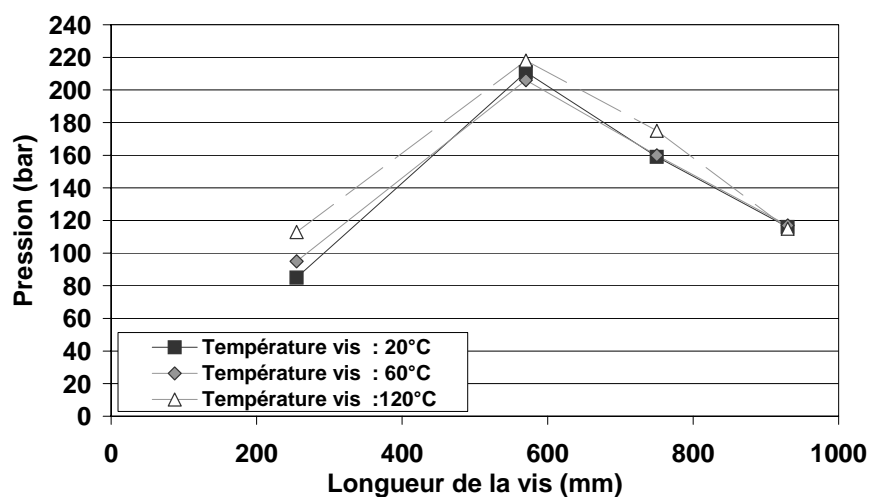


Figure II.97 : Evolution du débit en fonction de la température de régulation de la vis**II.3.3.2. La température**

La Figure II.98 donne les valeurs de la température en sortie de filière en fonction de la température de régulation de la vis. La température augmente faiblement, d'une dizaine de degrés Celsius, pour une augmentation de la température de régulation de 20°C à 120°C. La température de régulation de la vis n'a donc que peu d'incidence sur la température matière.

**Figure II.98 : Evolution de la température en sortie de filière de la température de régulation de la vis****II.3.3.3. Les pressions**

La Figure II.99 décrit le profil de pression le long de la vis, pour trois températures de régulation de la vis. Les pentes de la perte de charge dans la filière et dans la zone de pompage de la vis sont très proches quelle que soit la température de régulation. En revanche, nous notons une différence notable sur le premier capteur proche de l'alimentation, où la pression est plus importante pour des températures de vis plus importantes.



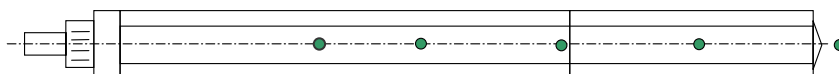


Figure II.99 : Evolution du profil de pression en fonction de la température de régulation de la vis

II.3.3.4. La puissance et l'énergie spécifique

La Figure II.100 montre l'évolution de la puissance en fonction de la température de régulation de la vis. Celle-ci diminue faiblement. La vis étant toujours remplie, seule une diminution de la viscosité, due à l'augmentation de la température avec la température de régulation de la vis, explique cette faible diminution de puissance.

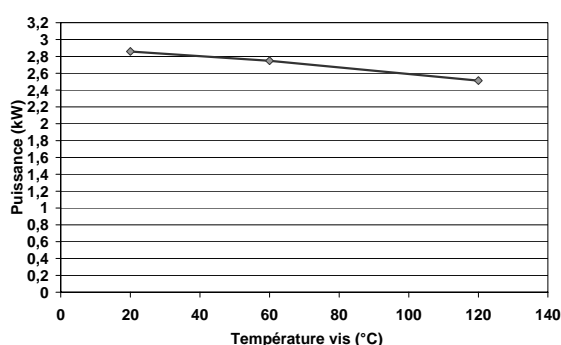


Figure II.100 : Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation de la vis

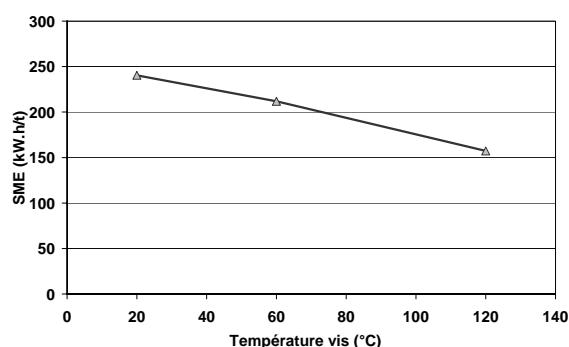


Figure II.101 : Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation de la vis

La Figure II.101 fait apparaître l'évolution de la SME en fonction de la température de régulation de la vis. Le débit augmente légèrement, tandis que la puissance diminue très faiblement. Il en résulte une courbe de l'énergie spécifique qui va diminuer avec l'augmentation de la température de régulation de la vis. Ici, l'effet du débit est prépondérant sur celui de la température.

II.3.3.5. Conclusion

L'étude de l'influence de la température de vis nous a permis de mettre en avant les conclusions suivantes : le débit augmente de 25% avec une augmentation de 100°C de la température de régulation de la vis. La perte de charge dans la vis est constante, comme dans la filière d'ailleurs. La température de sortie augmente d'une dizaine de degrés pour une variation de 100°C de la température de régulation de la vis.

Au vu des résultats précédents, et attendu que les évolutions des différents paramètres en fonction de la température de régulation de la vis ne sont pas très importantes, nous choisirons dans le futur une température de 60°C.

II.3.4. Influence de la température de régulation du fourreau

Tableau II.14 : plan d'expérience pour l'influence de la température de régulation du fourreau

Vitesse de rotation du galet bourreur	30 tr/min	Expérience 1 :	20°C
Vitesse de rotation de la vis	30 tr/min	Expérience 2 :	60°C
Température de régulation de la vis	60°C	Expérience 3 :	120°C

II.3.4.1. Le débit

La Figure II.102 décrit l'évolution du débit en fonction de la température de régulation du fourreau. Nous pouvons voir que cette dernière n'a qu'une faible influence sur le débit, plus faible que celle de la température de la vis. Nous observons des valeurs qui varient entre 11.6 et 14.2 kg/h.

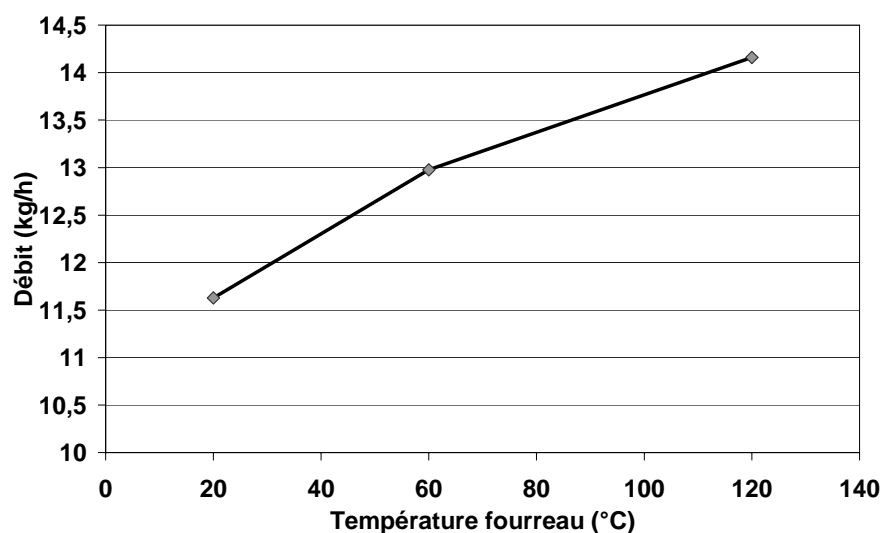


Figure II.102 : Evolution du débit en fonction de la température de régulation du fourreau

II.3.4.2. La température

La Figure II.103 décrit l'évolution de la température en sortie de filière en fonction de la température de régulation du fourreau. D'un point de vue général, nous avons pu remarquer que les consignes de température sont respectées pour les températures de régulation du fourreau les plus importantes, 60 et 120 °C. En revanche pour 20 °C, nous voyons que la température des zones s'élève, puis stagne à des valeurs supérieures à la consigne.

La température matière va augmenter d'une soixantaine de degrés, lorsque la régulation passe de 20 à 120°C, soit entre 60 et 123 °C.

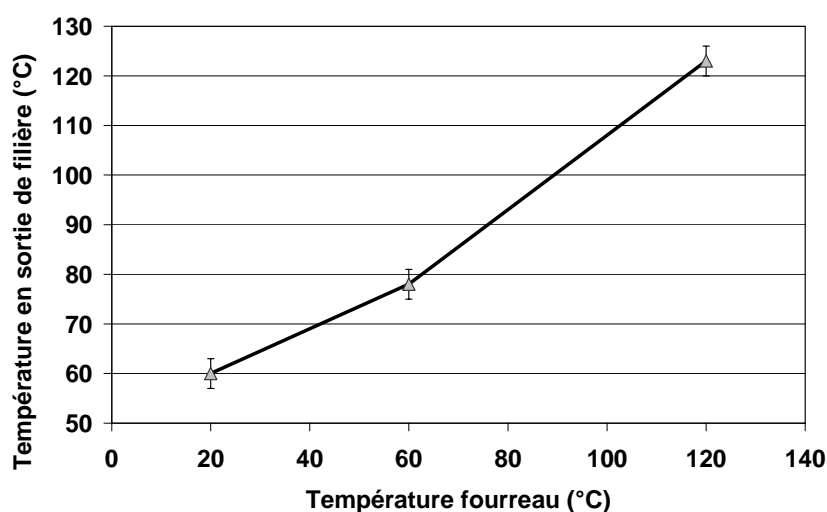


Figure II.103 : Evolution de la température en sortie de filière de la température de

régulation du fourreau

Lorsque nous comparons les relevés des températures en fonction de la température de régulation du fourreau et de la vis (Figure II.104), nous voyons que la température de régulation du fourreau a une importance plus grande sur la température matière. De plus à 60 °C, les courbes se croisent, ce qui prouve encore la reproductibilité des expériences.

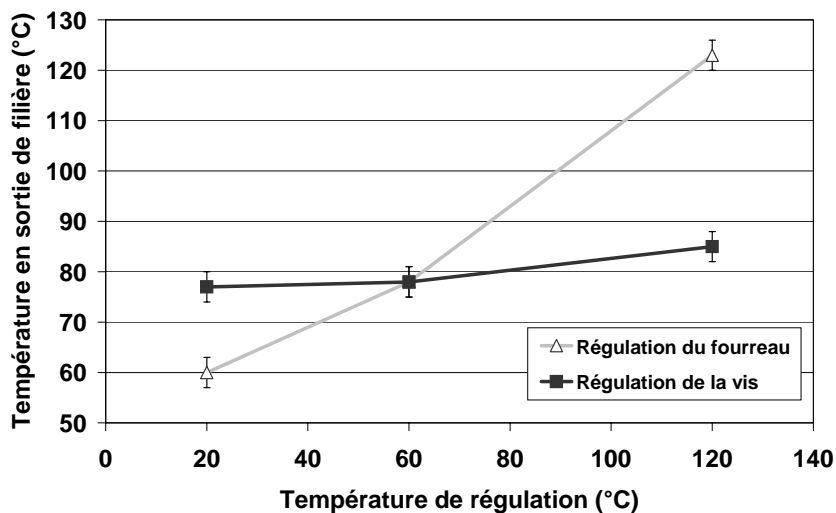


Figure II.104 : Relevé des températures de sortie en fonction de la température de régulation du fourreau et de celle de la vis

Il est possible d'expliquer ces résultats : la régulation de la vis s'effectue par une sonde disposée dans l'eau de régulation tandis que la sonde qui régule la température du fourreau est placée à même ce dernier. Ainsi la matière est beaucoup plus affectée dans ce dernier cas, puisqu'elle est directement en contact avec la zone régulée. En effet la régulation n'est pas faite directement sur la vis, mais sur le fluide en son cœur. Les transferts de chaleur sont donc diminués, et l'influence de la régulation nettement estompée. Enfin, les surfaces d'échange entre la matière et la vis d'une part et la matière et le fourreau d'autre part ne sont pas identiques.

II.3.4.3. Les pressions

La Figure II.105 décrit l'évolution de la pression en fonction de la température de régulation du fourreau. Quelle que soit la température, nous obtenons le même type de profil de pression (en cloche).

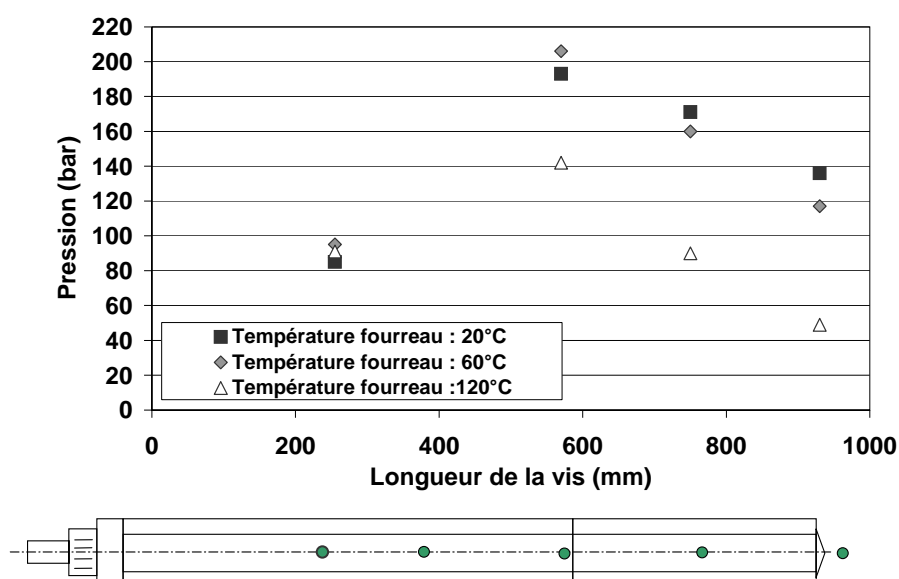


Figure II.105 : Evolution du profil de pression en fonction de la température de régulation du fourreau

Nous observons pour la première fois un effet très net sur la pression en tête : nous passons de 50 bar pour une régulation à 120°C, à 138 bar pour 20°C. Dans la zone de pompage, nous avons une perte de charge de 90 bar pour une température fourreau de 120 °C et de 57 bar pour une température de 20°C.

Justifions ces observations par des calculs d'ordre de grandeur :

Pour une température de régulation de 20°C, nous avons un débit de 11.6 kg/h et une température en sortie de filière de 60 °C : nous obtenons une perte de charge de 135.8 bar. De même, pour une température de régulation de 120°C, nous avons un débit de 14.2 kg/h et une température en sortie de filière de 123 °C : nous obtenons une perte de charge de 96.7 bar. Enfin, pour une régulation de 60°, la perte de charge est de 121.6 bar. Dans la filière, nous trouvons donc des résultats proche de ceux expérimentaux, excepté peut être pour la régulation à 120°C ou nous surestimons un peu la pression réelle.

Dans la zone de pompage, le débit de cisaillement est constant. Or le débit global augmente légèrement avec la température de régulation. Le débit de pression augmente donc avec la température, mais comme le débit fait intervenir à la fois la perte de charge et la viscosité, l'interprétation est plus délicate.

Il apparaît en revanche que le gradient de pression augmente avec la température de régulation dans la zone de pompage, alors qu'il diminuait dans la filière.

II.3.4.4. La puissance et l'énergie spécifique

La puissance diminue en fonction de la température de régulation du fourreau (Figure II.106). Comme précédemment, c'est la diminution de la viscosité, due à l'augmentation de la température qui explique cette diminution de puissance de 3 à 2 kW.

La Figure II.107, montre l'évolution de la SME en fonction de la température de régulation du fourreau. Le débit étant constant l'allure de la courbe est identique à celle de la puissance.

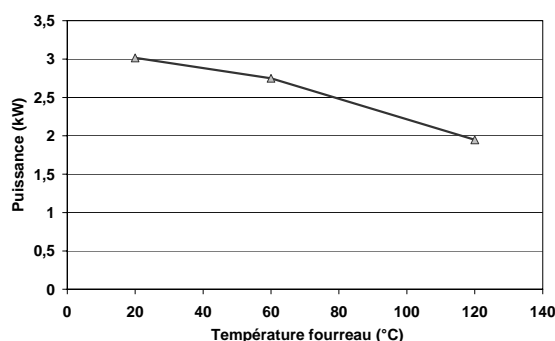


Figure II.106 : Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation du fourreau

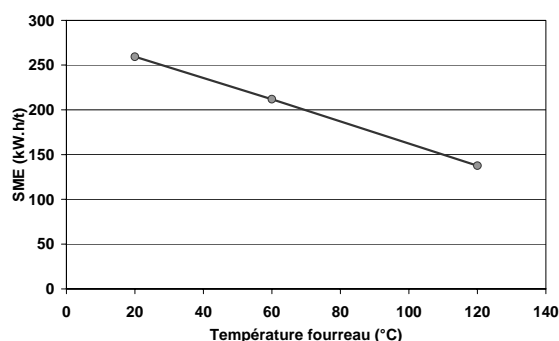


Figure II.107 : Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation du fourreau

II.3.4.5. Conclusion

L'étude de l'influence de la température de régulation du fourreau nous a permis de mettre en avant les conclusions suivantes : la régulation du fourreau a une faible influence sur le débit, en effet ce dernier varie entre 11.6 et 14.2 kg/h quand la température de régulation du fourreau passe de 20° à 120°C. Nous observons une diminution de la perte de charge en filière et une augmentation dans la zone de pompage de la vis, avec l'augmentation de la température de régulation. La température de sortie augmente linéairement avec la température de régulation, la matière s'échauffe de 60°C quand la régulation augmente de 100 °C. Enfin, le débit étant quasiment constant, la courbe de la SME est identique à celle de la puissance et diminue avec l'augmentation de la température, de 1 kW pour 100 °C.

II.4. Comparaison des mélanges A et B

Dans cette partie, nous allons discuter les résultats de la comparaison d'essais effectués dans les mêmes conditions sur les deux mélanges que nous avons caractérisés rhéologiquement dans le chapitre précédent. Il va donc être intéressant de voir comment le glissement se traduit dans l'extrudeuse. Nous présenterons pour les deux mélanges les résultats obtenus sur un profil de vis modulaire, de type MZS, et pour différentes vitesses de rotation de la vis. En effet, c'est le paramètre le plus influant sur le débit. Pour les autres vis, la comparaison des mélanges fait apparaître les mêmes évolutions que ce qui va suivre. Enfin, comme nous l'avons déjà signalé, afin d'obtenir des résultats indépendants de la vitesse de rotation du galet bourreur, nous fixons celle-ci à son maximal : 60 tr/min, dans tous les cas. Ainsi, nous obtenons un remplissage optimal de la vis pour une vitesse donnée.

II.4.1. Le débit

La comparaison des débits obtenus est montrée sur la Figure II.108 pour chaque vitesse de rotation de la vis. Contrairement à ce que l'on pouvait penser, nous n'avons trouvé que très peu de différence de débit entre les mélanges A et B.

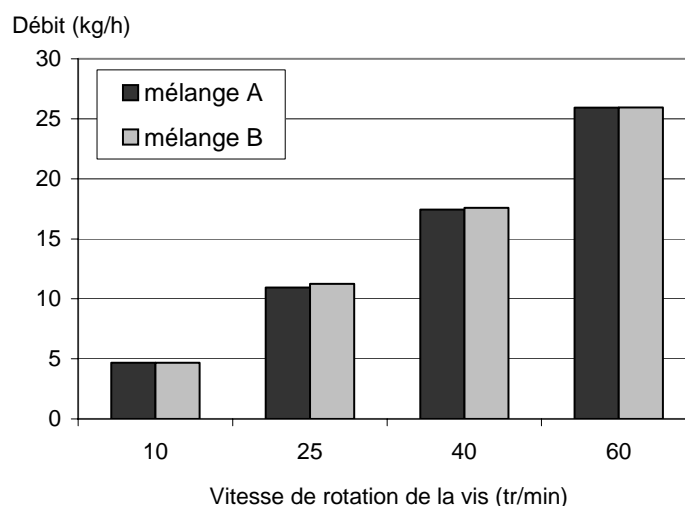


Figure II.108 : Comparaison du débit entre le mélange A et le mélange B

II.4.2. La température

La comparaison des températures en sortie de filière est montrée sur la Figure II.109 pour chaque vitesse de rotation de la vis. Les différences que l'on pourrait noter entre les mélanges A et B sont inférieures à l'incertitude de la mesure (5%). Nous considérons donc qu'il n'y a pas de différence entre les deux mélanges, ou que celle-ci n'est pas significative.

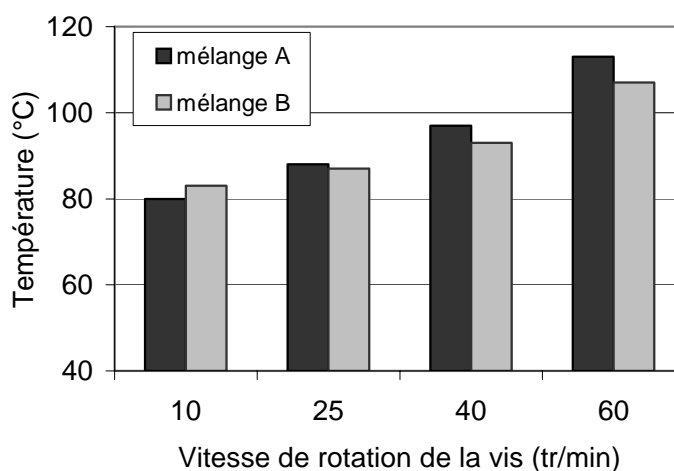


Figure II.109 : Comparaison des températures en sortie de filière

II.4.3. Les pressions

La Figure II.110 représente les valeurs de pression le long de la vis à la vitesse de 10 tr/min. Les valeurs de la pression obtenues pour le mélange B sont très proches de celles du mélange A. Nous pouvons en conclure que le glissement du mélange est très limité à cette vitesse. Nous présentons ensuite la même comparaison, mais à forte vitesse de rotation de la vis : 60 tr/min (Figure II.111). Celle-ci pourrait provoquer l'existence du glissement à la paroi du fait de l'augmentation du taux de cisaillement. Cependant, ici encore, les valeurs de pressions sont très proches. Les débits et les températures étant identiques pour les deux mélanges, seul un

phénomène externe, comme le glissement, aurait pu faire apparaître une différence sur les valeurs de pression. Or il n'en est rien : nous ne mettons pas en évidence de glissement important dans l'extrudeuse.

Nous pouvons expliquer cela par l'évaluation de l'ordre de grandeur du cisaillement dans la vis. L'ordre de grandeur de ce dernier nous est donné par le rapport de la vitesse et de la profondeur du chenal, soit environ $4s^{-1}$ à $10tr/min$ et $23s^{-1}$ à $60tr/min$ pour la vis MZS. Or, pour des taux de cisaillement de cet ordre, nous nous trouvons quel que soit le mélange en branche I. Les vitesses de glissement y sont faibles, de l'ordre du mm/s , ce qui explique que nous n'observons pas de différences flagrantes entre les deux mélanges dans l'extrudeuse.

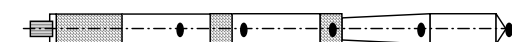
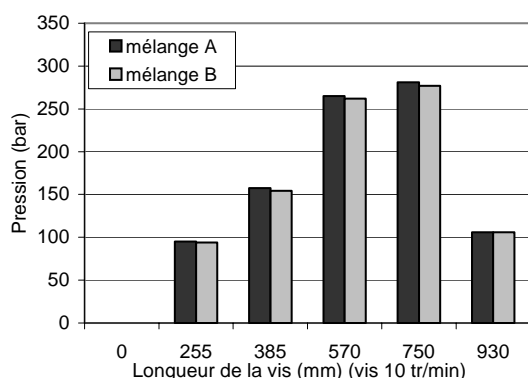


Figure II.110 : Comparaison des valeurs de pression entre les mélanges A et B (10 tr/min)

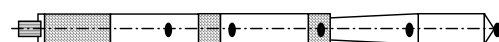
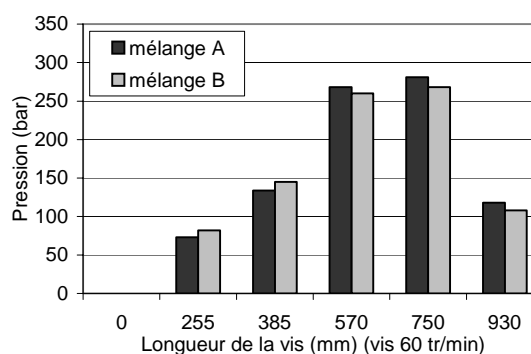


Figure II.111 : Comparaison des valeurs de pression les mélanges A et B (60 tr/min)

II.4.4. La puissance et l'énergie spécifique

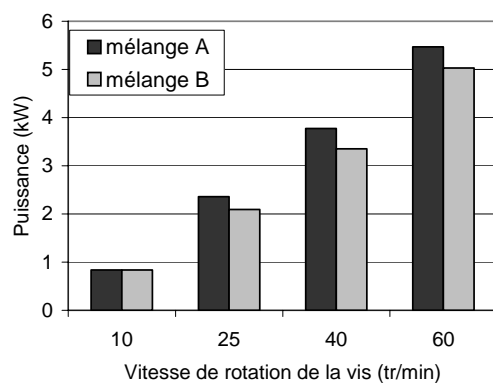


Figure II.112 : Comparaison de la puissance en fonction de la vitesse de la vis

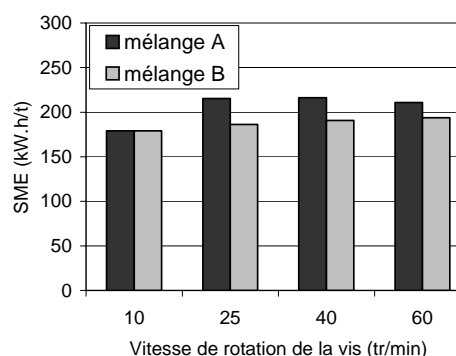


Figure II.113 : Comparaison de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de la vis

La Figure II.112 représente les valeurs de la puissance des mélanges A et B. La puissance nécessaire pour le mélange A est un peu supérieure à celle du mélange B. La puissance est calculée à partir de la mesure du couple. Ces valeurs de couple font apparaître des différences de l'ordre de 12% suivant les mélanges. Cette différence se transmet aux résultats de puissance, mais une différence si faible ne nous permet pas de conclure à une différence de comportement globale.

La Figure II.113 représente la comparaison d'énergie spécifique en fonction de la vitesse de la vis. La SME plus faible pour le mélange B que pour le mélange A tend à diminuer l'échauffement. Ce phénomène est cohérent avec les températures mesurées, même si nous avons constaté que les différences sont inférieures à l'incertitude de la mesure. Les valeurs de SME ne font que traduire les différences des valeurs de puissance, puisque les débits sont constants.

II.4.5. Conclusion

La comparaison des mélanges A et B par l'étude de l'influence de la vitesse de rotation de la vis nous permet d'aboutir aux conclusions suivantes : le débit, la pression, la température en sortie de la filière semblent les mêmes pour les deux mélanges. Globalement, nous pouvons dire que les mélanges A et B donnent les mêmes résultats, alors que la caractérisation avec le rhéomètre capillaire nous avait montré une nette différence de comportement.

Comme nous venons de le mentionner nous nous trouvons dans ces conditions d'extrusion en branche I, où le glissement est limité. Si l'on avait réalisé le même type de comparaison sur les vis industrielles, nous aurions vraisemblablement trouvé le même type de résultats puisque, même à 90tr/min, le cisaillement en première approximation ne dépasse pas 40 s^{-1} .

II.5. Comparaison des profils de vis

Cette partie va se diviser en trois paragraphes principaux. Dans un premier temps, nous comparerons les profils des vis de laboratoire. Ensuite, nous comparerons, entre eux également, les profils de vis industriels. Enfin nous comparerons vis de laboratoire et vis industrielle afin de trouver une relation qui permettrait d'effectuer un changement d'échelle.

II.5.1. Comparaison des vis de laboratoire

II.5.1.1. Influence du galet burreur

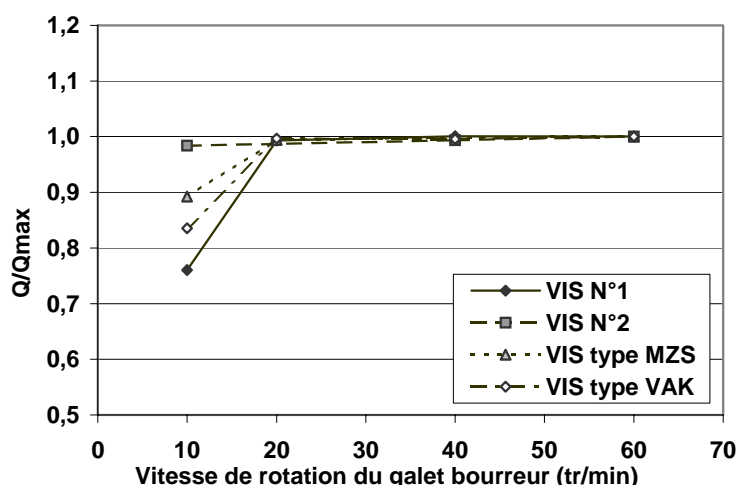


Figure II.114 : L'évolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet burreur (60 tr/min)

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'influence de la vitesse de rotation du galet burreur pour les différents profils de vis. Du fait qu'il y a très peu de différence entre le mélange A et B, nous ne présenterons ici que les résultats du mélange B.

A faible vitesse de rotation de la vis, nous trouvons que le débit obtenu est le débit maximal pour toutes les vis, quelle que soit la vitesse du galet. Nous pouvons estimer que les vis ont un remplissage complet. Cependant, la vis type VAK est une vis particulière, à double étage, dont le

deuxième étage peut être sous rempli. En effet, dans le cas de la vis à dégazage, le débit est généralement imposé par le premier étage. Le débit étant constant, le premier étage est complètement rempli, mais cela ne nous permet pas de conclure sur le remplissage du second.

La Figure II.114 montre l'évolution du débit en fonction de la vitesse du galet à forte vitesse de rotation de la vis (60 tr/min). Le débit augmente avec la vitesse de rotation du galet bourreur pour atteindre la valeur maximale, même pour les vis qui possèdent une zone d'alimentation spécifique. (vis type VAK et vis type MZS).

Nous comparons tout d'abord les profils de la vis 1 et de la vis 2. Nous obtenons une forte augmentation du débit sur la vis 1 et une très faible sur la vis 2. Ainsi, nous pouvons dire que la vis 2 est plus efficace en terme d'avalement de matière. Il n'y a quasiment pas d'influence de la vitesse du galet bourreur alors qu'elle est non négligeable sur la vis 1. On peut expliquer ce fait par les géométries respectives de chaque vis. La vis 2 possède un double filet dont le chenal est plus profond et moins large que celui de la vis 1, qui est de plus monofilet. Nous avons deux géométries radicalement différentes dont une est beaucoup plus efficace que l'autre.

Si nous comparons ensuite les vis modulaires et les vis standard, nous trouvons que les vis modulaires, qui possèdent une zone d'alimentation spécifique, ont une capacité d'avalement de la matière qui est située entre la vis 2 et la vis 1. Nous pouvons calculer le volume occupé par la matière dans la zone d'alimentation pour chaque vis. Les valeurs pour une longueur de 1D dans la zone d'alimentation sont indiqués sur la Figure II.115:

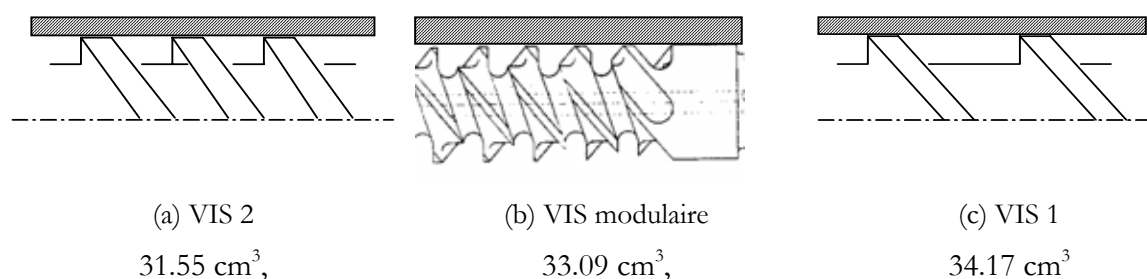


Figure II.115 : Les profils de la vis 1, de la vis 2 et de la vis modulaire

La capacité d'avalement semble donc directement liée au volume à remplir dans la zone d'alimentation.

Enfin, la vis type VAK et la vis type MZS, qui ont le même profil dans la zone d'alimentation, semblent donner des résultats différents. Nous considérerons toutefois que les résultats sont proches, les différences s'expliquant par des approximations de mesure ou des différences de taille de granulés d'alimentation.

II.5.1.2. Influence de la vitesse de la vis

II.5.1.2.1. Le débit

Afin d'obtenir des résultats indépendants de la vitesse de rotation du galet bourreur, nous fixons celle-ci à son maximum : 60 tr/min, dans tous les cas.

La Figure II.116 présente l'évolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Comme nous pouvons le voir, l'évolution du débit massique est linéaire dans la gamme de vitesse exploitée, quelle que soit la vis.

Nous avons obtenu un débit plus important avec la vis 1. La vis ayant le plus faible débit est la vis 2. Il n'est pas aisé d'expliquer les différences de débit en comparant les profils de vis. Néanmoins, nous pouvons dire que, pour une filière donnée, plus le volume libre est grand (par exemple : 461 cm³ pour la vis 1, 454 cm³ pour la vis type VAK, 439 cm³ pour la vis type MZS et

407 cm³ pour la vis 2) et plus le débit est grand. Nous gardons quand même à l'esprit l'influence non négligeable à notre sens du profil des vis : il est clairement défini que certains éléments poussent plus que d'autres.

Les ordres de grandeur des valeurs de débit sont quand même relativement proches pour les différentes vis à différentes vitesses.

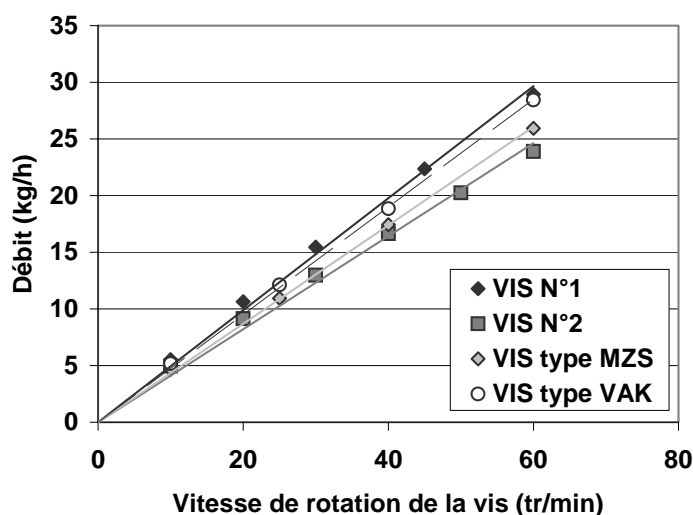


Figure II.116 : Evolutions du débit massique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

II.5.1.2.2. La température

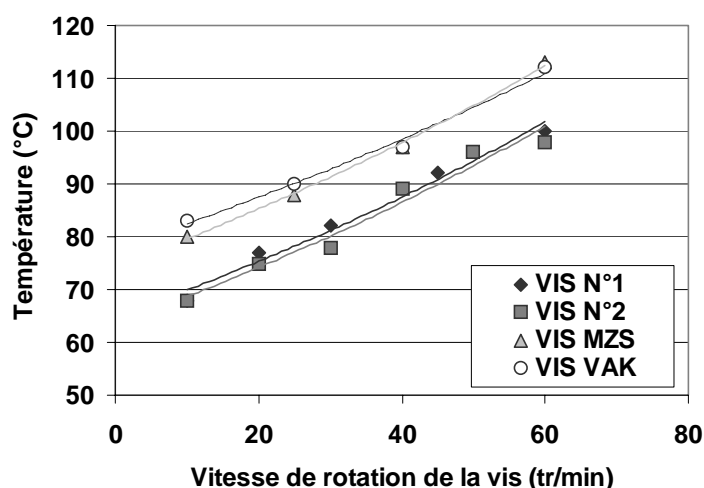


Figure II.117 : Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

La Figure II.117 représente l'évolution de la température en sortie de filière. Nous avons un auto-échauffement plus important dans le cas des vis modulaires que des vis standards. Cela s'explique par une forte mise en pression dans la vis type MZS et un fort taux de cisaillement sur l'élément dégazage dans la vis type VAK. Une augmentation de la température peut être due à l'augmentation du travail mécanique fourni au produit.

II.5.1.2.3. Les pressions

Tout d'abord, intéressons-nous à l'évolution de la pression pour les capteurs disposés le long de la vis. Comme le montre la Figure II.118, quelle que soit la vis utilisée, la vitesse de rotation n'a pas ou très peu d'influence sur la pression. De plus, pour toutes les vis, nous obtenons un gradient de pression négatif dans la zone de pompage.

Les valeurs de pression des vis 1 et 2 sont très proches, même si elles sont légèrement supérieures pour la vis 1. La compression par augmentation de l'âme de la vis est plus forte que par réduction du pas.

Pour la type MZS, on atteint un maximum de pression proche de 300 bars à la fin de la zone de compression. L'élément de mélange semble créer de la pression.

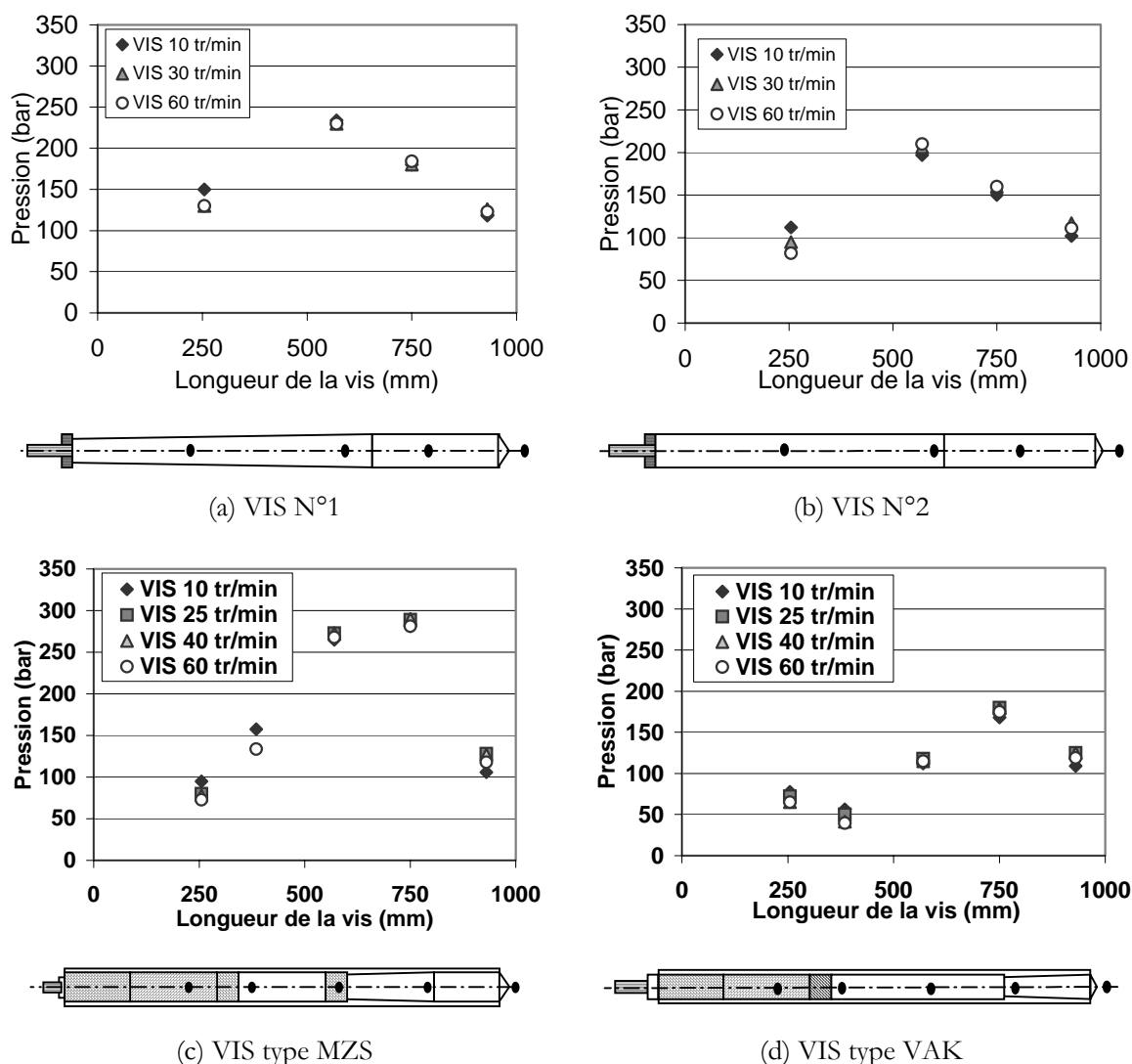


Figure II.118 : Les profils pression le long de la vis en fonction de la vitesse de rotation de la vis

La vis type VAK n'est pas utilisée dans des conditions standards d'utilisation d'une vis à dégazage. En effet, si le puits de vide était réellement ouvert, nous constaterions des remontées de matière dans celui-ci. L'utilisation d'une filière moins restrictive ou une longueur plus importante du deuxième étage solutionnerait ce problème. Plus simplement, en jouant sur l'alimentation et sur la vitesse du galet bourreur nous pouvons nous retrouver dans des conditions normales.

II.5.1.2.4. La puissance

La Figure II.119 montre l'évolution de la puissance en fonction de la vitesse de la vis. Nous avons obtenu une évolution linéaire avec la vitesse de rotation de la vis dans tous les cas. Nous pouvons constater que, lorsque la vis est totalement remplie, la puissance ne dépend pas du profil de la vis.

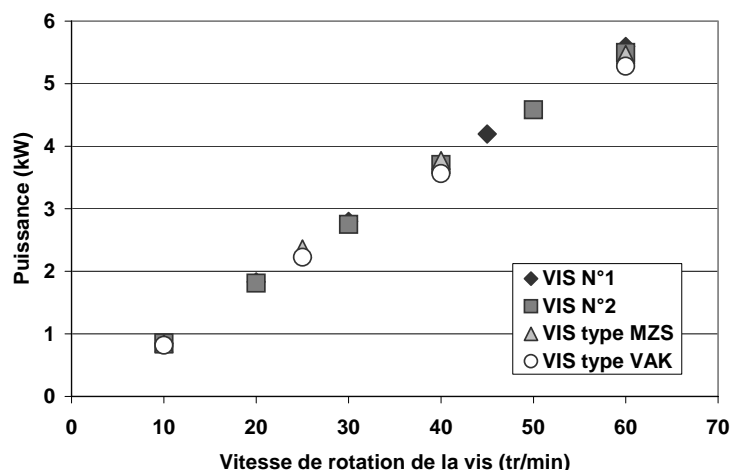


Figure II.119 : Comparaison des évolutions de la puissance en fonction de la vitesse de la vis

II.5.1.2.5. L'énergie spécifique

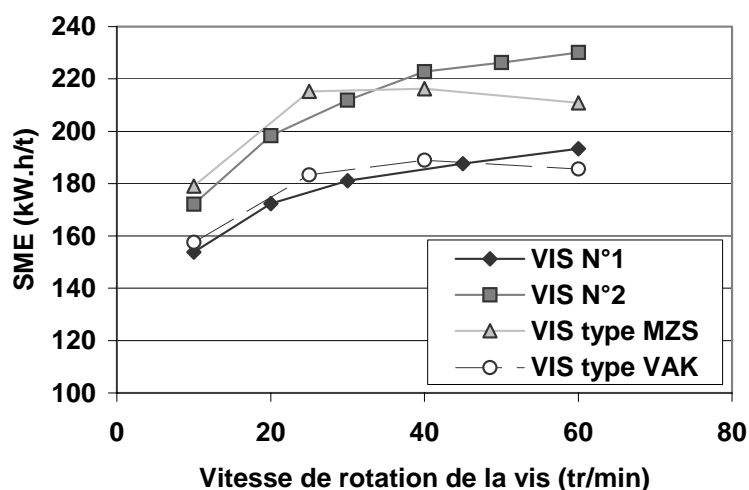


Figure II.120 : Comparaison des évolutions de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse

La Figure II.120 montre l'évolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de vis. Nous voyons que la SME augmente légèrement puis se stabilise rapidement. Comme nous l'avons déjà vu, l'échauffement de la matière n'est pas dû essentiellement au cisaillement (plus important à forte vitesse), mais plutôt à un transfert thermique avec le fourreau moins efficace à haut débit.

Cependant, les températures obtenues dans le cas des vis modulaires sont plus élevées que celles des vis standard. Comparons par exemple, la vis type VAK et la vis 1. Nous obtenons une SME quasiment identique, donc l'énergie apportée par le système à la matière est à peu près la

même. Or l'échauffement est plus important pour la vis type VAK. Le raisonnement est semblable pour les vis 2 et MZS. Nous expliquons ce résultat par la différence de conception des vis 1 et 2, et des vis modulaires. En effet, la régulation de la vis des vis modulaires est moins bonne, pour la simple raison que le diamètre intérieur, où circule le fluide de régulation, est plus faible. La régulation étant moins bonne, la matière s'échauffe plus dans le cas des vis modulaires.

II.5.1.3. Conclusion

La comparaison des profils de vis de laboratoire nous conduit aux conclusion suivante :

Les différences entre les différents profils, même si elles existent ne sont pas flagrantes en terme de débit ou d'énergie spécifique. La puissance, même si ce point peut sembler étonnant demeure la même pour tous les profils en fonction de la vitesse de rotation de la vis.

L'utilité d'une zone d'alimentation spécifique n'a pas été démontré. Au contraire, nous avons montré qu'une zone à double filet où le volume libre est plus faible permet un meilleur avalement de la matière.

Choisir une vis en fonction de son débit est dans ce cas peu judicieux. En effet, les résultats des quatre vis sont proches. De plus, les différences notées sur les températures sont plutôt attribuées à la conception plutôt qu'au profil même des vis.

Nous sommes ainsi amenés à choisir la vis 2, qui semble présenter un bon compromis. Le choix de ce profil très simples comparé à ceux des vis modulaires, ne prend cependant pas en compte le critère de mélangeage, qui n'a pas été évalué.

II.5.2. Comparaison des vis industrielles

II.5.2.1. Le débit

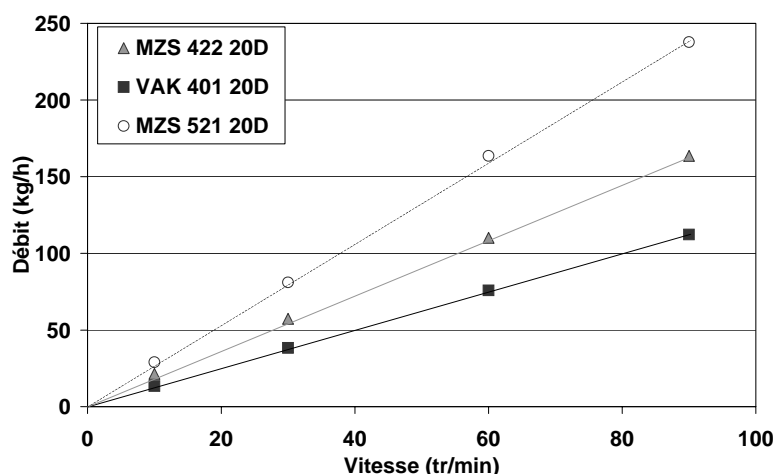


Figure II.121 : Comparaison des débit pour différentes vis industrielles en fonction de la vitesse de rotation de la vis

La Figure II.121 montre les évolutions des profils de débit en fonction de la vitesse pour toutes les vis 20D caractérisées. Il apparaît clairement que c'est la vis MZS 521 qui débite le plus, en atteignant des valeurs de 240 kg/h pour une vitesse de 90 tr/min. La vis ayant le plus faible débit est la type VAK, qui débite deux fois moins. Cependant, c'est une vis dont le second étage n'est rempli que partiellement. La MZS 422 débite également moins que la 521. Il est possible

d'attribuer ce fait à deux choses : la longueur de la zone d'alimentation, plus courte, et/ou le pas qui est plus important, mais aussi la profondeur du chenal qui est pour la MZS 521 constante et relativement grande comparativement aux autres. Le calcul des volumes libres nous amène au classement suivant en partant du plus important : VAK401 (1940 cm^3), MZS521(1730 cm^3) et MZS422(1570 cm^3). Cependant la vis VAK 401 ne débite pas plus puisque, comme nous le verrons ultérieurement, elle n'est pas totalement rempli.

II.5.2.2. Les pressions

La Figure II.122 présente la comparaison des valeurs de pression pour les trois vis industrielles à 30 tr/min. Ici encore, la vitesse n'a que très peu d'influence sur les relevés de pression. La vis VAK a un gradient de pression positif avant la filière, qui est dû au remplissage partiel du second étage. En revanche, les gradients des deux autres vis sont négatifs. Nous obtenons des valeurs de pression plus importantes avec la vis MZS 422 car elle présente la géométrie la plus restrictive, elle possède entre autre une zone de compression dans sa partie terminale. De même, la VAK présente un maximum pour le premier capteur à cause de la forte restriction placée en fin de premier étage.

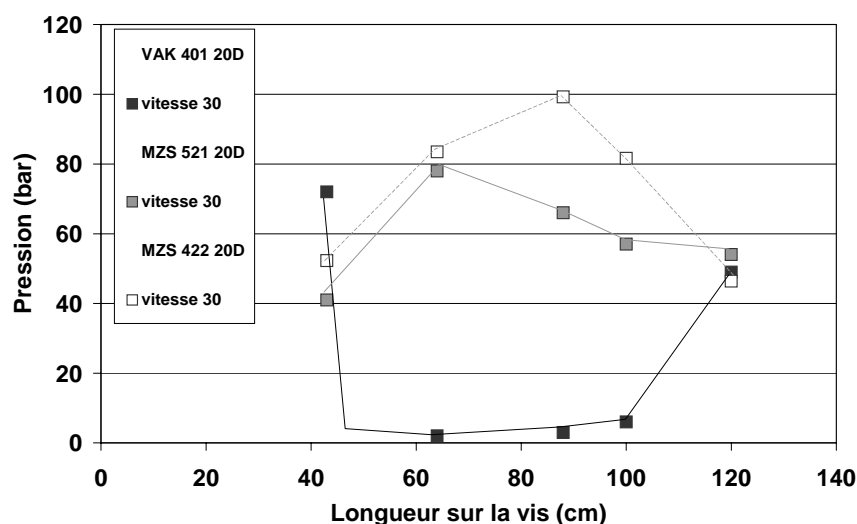


Figure II.122 : Comparaison des pressions pour différentes vis industrielles (30 tr/min)

II.5.2.3. La température

La comparaison de la température en fonction de la vitesse de rotation est présentée sur la Figure II.123. Les augmentations de température sont similaires, quelle que soit la vis. Les plus faibles températures, obtenues pour la vis VAK, sont bien évidemment dûes au remplissage partiel et au cisaillement moins intense.

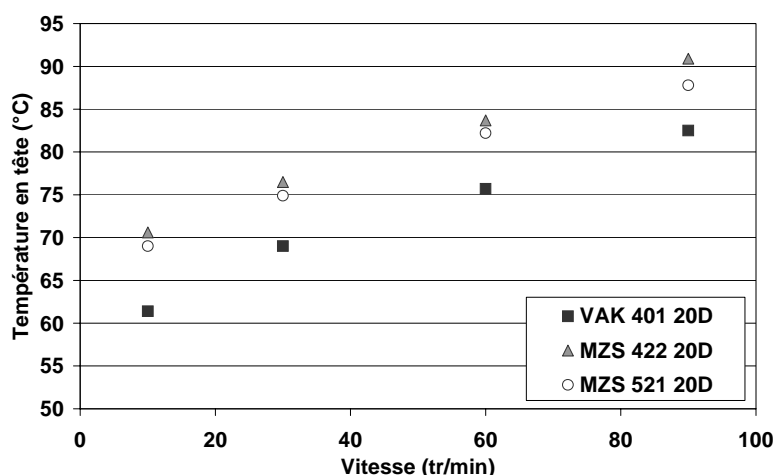


Figure II.123 : Comparaison de la température pour différentes vis industrielles en fonction de la vitesse de rotation de la vis

II.5.2.4. La puissance et l'énergie spécifique

Les vis MZS étant complètement remplies, nous obtenons des résultats très proches pour les deux vis. En revanche, comme précédemment, nous noterons des valeurs de puissance inférieures pour la vis VAK.

À puissance identique, mais à débit plus important, la vis MZS 521 possède donc une SME nettement inférieure à celle de la 422 (Figure II.125). À puissance et débit inférieurs, la vis VAK possède une SME identique à celle de la vis MZS 422.

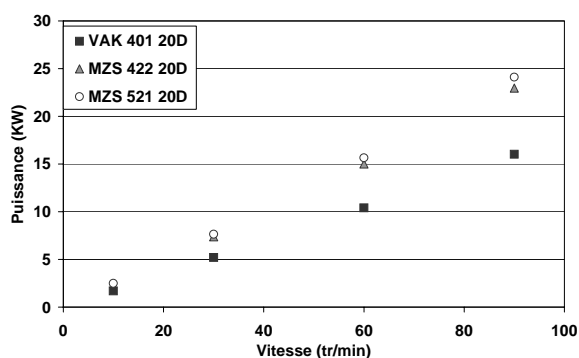


Figure II.124 : Comparaison de la puissance pour différentes vis industrielles en fonction de la vitesse de rotation de la vis

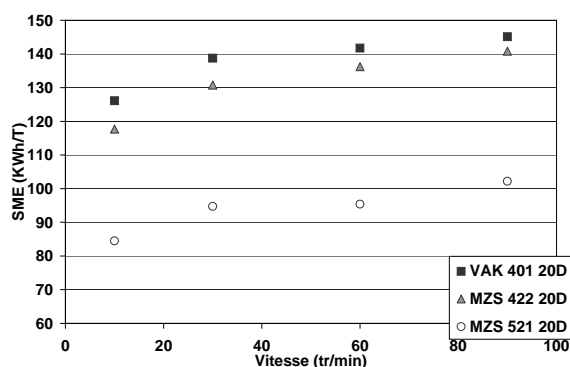


Figure II.125 : Comparaison de l'énergie spécifique pour différentes vis industrielles en fonction de la vitesse de rotation de la vis

II.5.2.5. Conclusion

Le relevé des paramètres d'ensemble de la machine et leur exploitation constituent une approche de la compréhension des mécanismes mis en jeu au cours du fonctionnement de l'extrudeuse.

L'importance de la géométrie est confirmée, puisque les résultats divergent d'une vis à l'autre.

Le remplissage total de la vis n'a pu être assuré pour les vis *VAK*, qui sont dégazeuses. En revanche, nous avons pu noter la non influence du débit sur tous les profils de pression, et ceci à cause du caractère très pseudo-plastique de notre mélange.

Nous avons testé deux profils *VAK* 401 très proches : un 16D, l'autre 20D. On obtient des résultats similaires pour les deux longueurs de vis. Nous pouvons ainsi mettre en avant une excellente reproductibilité des essais. De plus, pour notre mélange (A), et avec les filières utilisées, l'intérêt de la vis 20D est nul, il permet simplement d'allonger le temps de séjour de la matière dans l'extrudeuse.

Le débit évolue linéairement avec la vitesse. Il est conditionné par le premier étage des vis à dégazage, et par extension, par les zones d'alimentation des autres vis. La vis *MZS 521 20D*, qui offre le plus fort débit, possède une zone de mélangeage sous la trémie d'alimentation beaucoup plus courte et une géométrie différente (profil cylindrique, chenaux profonds, pas plus important)

L'étude de l'évolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse pour chaque vis nous a permis de comprendre le mode de fonctionnement du système. Dans tous les cas, cette énergie spécifique est constante, et ne dépend pas de la vitesse, alors que le débit et la puissance augmentent avec la vitesse. La température augmente aussi, à énergie spécifique (SME) constante, ce qui signifie que cet échauffement ne provient pas d'un cisaillement plus fort. L'énergie apportée reste identique, on a tout simplement moins refroidi. Avec l'augmentation de la vitesse, le transfert thermique est donc moins efficace. En d'autres mots : à fort débit la régulation ne peut plus jouer son rôle. Il faudrait donc réguler plus bas afin de limiter l'échauffement.

On peut donc se permettre de tourner très vite sans trop chauffer le matériau, ni augmenter la pression, la durée du temps de séjour (DTS) diminue alors.

Au vu de tous les résultats présentés ci-dessus, la vis *MZS 521 20D* semble être le meilleur compromis.

II.5.3. Comparaison des vis industrielles/laboratoires

II.5.3.1. Comparaison qualitative

Tout d'abord, il est important de faire une remarque concernant la vis type *VAK* de l'extrudeuse de laboratoire. Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, celle-ci n'a pas été utilisée dans des conditions standard de fonctionnement. Pour palier ce fait, pour la vitesse de 60 tr/min, nous avons artificiellement limité le débit en réduisant la vitesse du galet bourreur. Ainsi, le second étage de la vis ne se trouve pas totalement rempli.

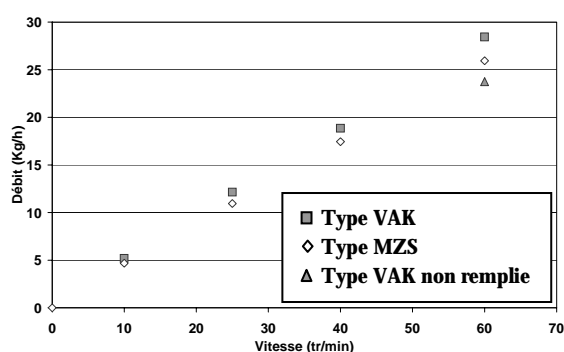


Figure II.126 : Débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour deux vis de l'extrudeuse de laboratoire

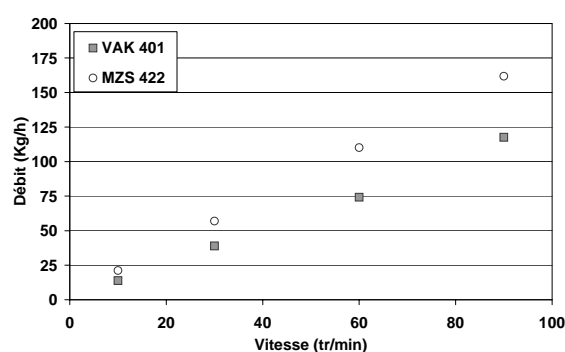


Figure II.127 : Débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour deux vis de l'extrudeuse industrielle

De cette manière, nous retrouvons les mêmes évolutions de débit (Figure II.126 et Figure II.127), c'est à dire que c'est la vis type *MZS* qui débite le plus. En revanche, il apparaît quand

même que pour l'extrudeuse de laboratoire, les écarts de débit entre les vis sont plus faible, 7%, contre 27% pour l'extrudeuse industrielle aux vitesses maximales.

Les évolutions de température (Figure II.128) sont très proches pour chacune des deux vis, pour les deux extrudeuses. En revanche, l'augmentation de la température (linéaire) avec la vitesse de rotation de la vis est beaucoup plus importante avec l'extrudeuse de laboratoire. Nous pouvons attribuer cela à deux choses : les pressions engendrées dans l'extrudeuse de laboratoire sont très largement supérieures à celle de l'extrudeuse industrielle (Figure II.129) ; de plus, la plus grande surface d'échange offre sûrement une meilleure régulation de la température, et engendre un échauffement moindre sur la machine industrielle.

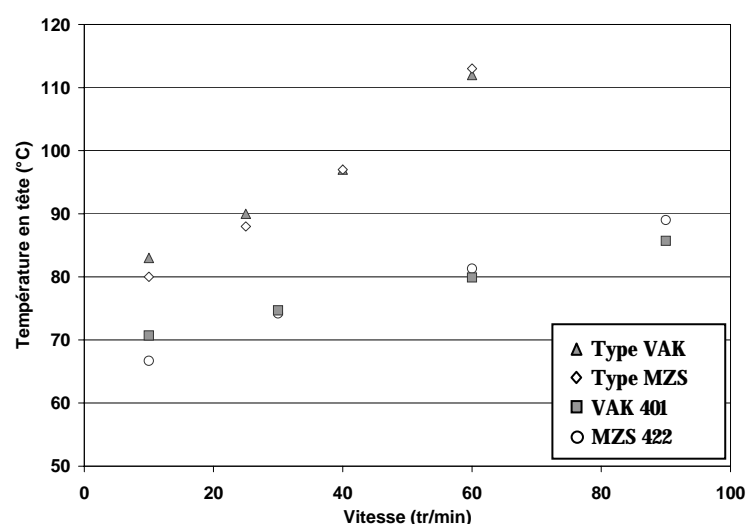


Figure II.128 : Température en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour deux vis de l'extrudeuse de laboratoire et deux vis industrielles

La comparaison des profils de pression le long des extrudeuses pour chacune des deux vis (Figure II.129 et Figure II.130) ne fait rien apparaître de remarquable. Les vis sur chacune des extrudeuses se comportent de la même manière. Le comportement est traditionnel, avec une augmentation de la pression avant la restriction du puit de dégazage, et un remplissage partiel du second étage, suivi d'une mise en pression causée par la filière. Un profil en cloche est obtenu pour les vis MZS. Nous noterons, comme précédemment, des valeurs de pression globalement supérieures pour l'extrudeuse de laboratoire.

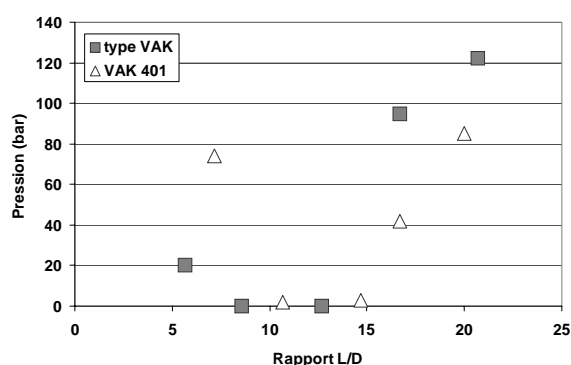


Figure II.129 : Pression le long de la vis VAK pour l'extrudeuse de laboratoire et l'extrudeuse industrielle

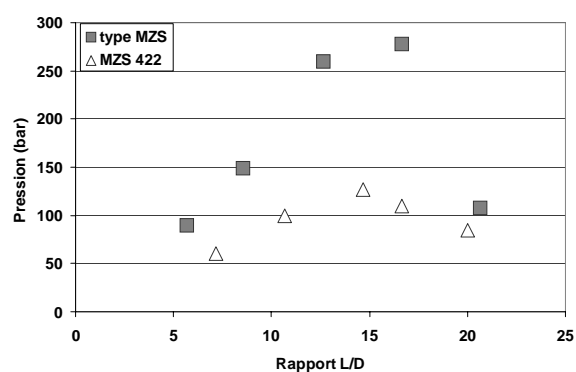


Figure II.130 : Pression le long de la vis MZS pour l'extrudeuse de laboratoire et l'extrudeuse industrielle

Ici encore, pour la comparaison des courbes de puissance (Figure II.131) nous trouvons un comportement global identique. La puissance évolue linéairement avec la vitesse de rotation de la

vis. En revanche, nous observons que la puissance nécessaire à la vis industrielle est largement supérieure à celle de la vis de laboratoire.

Les courbes d'énergie spécifique ont la même allure pour les deux machines et vis. Nous montrons ici encore comment fonctionnent les extrudeuses à caoutchouc. Indépendamment de la machine, la température augmente avec la vitesse de rotation alors que la SME demeure constante. L'échauffement n'est pas dû au cisaillement plus intense, mais à une moins bonne régulation à vitesse plus importante. Nous trouvons des valeurs plus élevées dans le cas de l'extrudeuse de laboratoire, ce qui est en accord avec les températures en sortie de filière plus élevées.

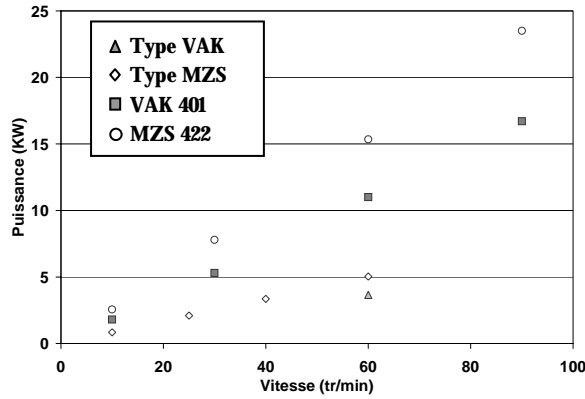


Figure II.131 : Puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour deux vis de l'extrudeuse de laboratoire et l'extrudeuse industrielle

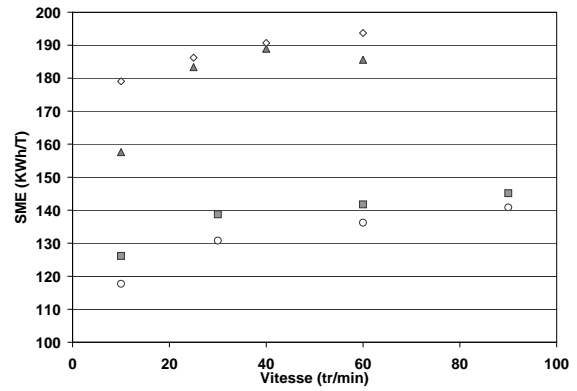


Figure II.132 : SME en fonction de la vitesse de rotation de la vis pour deux vis de l'extrudeuse de laboratoire et l'extrudeuse industrielle

II.5.3.2. Comparaison quantitative

Il existe dans la littérature [15], [77] des règles d'extrapolation pour passer d'une extrudeuse de laboratoire à une extrudeuse industrielle de production. La méthode classique consiste à faire intervenir le rapport des diamètres de la façon suivante :

$$N = \left(\frac{d}{D} \right)^{\frac{1}{2}} . n \quad \text{Equation II.17}$$

$$H = \left(\frac{D}{d} \right)^{\frac{1}{2}} . h \quad \text{Equation II.18}$$

$$W = \left(\frac{D}{d} \right) . w \quad \text{Equation II.19}$$

Avec N , H , W , n , h et w respectivement la vitesse de rotation, la hauteur et la largeur du chenal de la vis pour l'extrudeuse industrielle et l'extrudeuse de laboratoire.

Avec cette approche, il est possible de conserver le cisaillement constant, dans le but de conserver les mêmes degrés de mélangeage et de température. Soit $\dot{\gamma}_D$ et $\dot{\gamma}_d$, les cisaillements respectifs de chacune des extrudeuses.

$$\dot{\gamma}_D = \frac{N \cdot \pi \cdot D}{H} = \frac{n \cdot \pi \cdot d}{h} = \dot{\gamma}_d \quad \text{Equation II.20}$$

Le Tableau II.15 présente les facteurs d'échelles couramment utilisés :

Tableau II.15 : Facteurs d'échelle couramment utilisés [15]

	Small Extruder	Large Extruder
Diameter	d	D
Channel Width	w	$W = \left(\frac{D}{d}\right) \cdot w$
Channel Depth	h	$H = \left(\frac{D}{d}\right)^{1/2} \cdot h$
Screw RPM	rpm	$RPM = \left(\frac{D}{d}\right)^{1/2} \cdot rpm$
Output Rate	$(G)_d$	$(G)_D = \left(\frac{D}{d}\right)^2 \cdot (G)_d$
Shear Rate	$(\dot{\gamma})_d$	$(\dot{\gamma})_D = (\dot{\gamma})_d$
Peripheral Screw Speed	v	$V = \left(\frac{D}{d}\right)^{1/2} \cdot v$
Residence Time	t	$T = \left(\frac{D}{d}\right)^{1/2} \cdot t$
Melting Capacity	$(G_m)_d$	$(G_m)_D = \left(\frac{D}{d}\right)^{1.75} \cdot (G_m)_d$
Screw HP	$(HP)_d$	$(HP)_D = \left(\frac{D}{d}\right)^{2.5} \cdot (HP)_d$

Nous allons nous baser pour effectuer ces comparaisons sur la vis MZS 422. En effet, il n'est pas facile d'utiliser la vis VAK, vis dégazeuse, qui n'est pas remplie sur toute sa longueur. Les informations relatives pour les deux machines sont consignées dans le Tableau II.16.

Si nous tentons d'appliquer ces transformations à la géométrie de nos vis, nous nous rendons compte rapidement de l'incompatibilité. En effet, les facteurs géométriques sont différents, ils ne nous permettent pas la conservation du cisaillement par exemple. Ne pouvant donc pas utiliser les facteurs d'échelle habituels, nous allons tenter de décrire nos propres facteurs :

Tableau II.16 : Comparaison géométrique des vis MZS422 dans la zone de pompage

		Extrudeuse de laboratoire	Extrudeuse industrielle	Rapport
Diamètre (mm)	d, D	45	60	$D = \left(\frac{D}{d}\right)^1 \cdot d$
Pas (mm)	b, B	45	60	$B = \left(\frac{D}{d}\right)^1 \cdot b$
Largeur de chenal (mm)	w, W	16.9	24.6	$W = \left(\frac{D}{d}\right)^{1.3} \cdot w$
Hauteur de chenal (mm)	h, H	6	12	$H = \left(\frac{D}{d}\right)^{2.4} \cdot h$

Partons du débit de cisaillement maximal égal à :

$$Q_{\max} = \frac{V.H.W}{2} \quad \text{Equation II.21}$$

avec H la hauteur du chenal, W la largeur et V la vitesse relative du fourreau suivant l'axe du chenal.

$$V = \pi.D.N.\cos\theta \quad \text{Equation II.22}$$

$$W = \pi.D.\sin\theta - e \quad \text{Equation II.23}$$

Où D est le diamètre de la vis, N la vitesse de rotation de la vis, et θ l'angle que fait le filet avec un plan perpendiculaire à l'axe de la vis. Si l'on néglige e , en première approximation,

On obtient :

$$Q_{\max} = \frac{\pi^2 D^2 . N . H . \sin\theta . \cos\theta}{2} \quad \text{Equation II.24}$$

Dans ce développement nous ferons une autre approximation importante : nous prendrons $Q=Q_{\max}$, car il n'est pas aisé de prendre en considération l'expression générale du débit.

Les autres paramètres peuvent également être décrit simplement :

Le cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{V}{H.\cos\theta} = \frac{\pi.D.N}{H} \quad \text{Equation II.25}$$

Le couple :

$$C = \frac{\eta.\dot{\gamma}.\pi.D^2.L}{2} = \frac{\pi^2.\eta.D^3.N.L}{2.H} \quad \text{Equation II.26}$$

La puissance :

$$P = C \times 2.\pi.N = \frac{\pi^3.\eta.D^3.N^2.L}{H} \quad \text{Equation II.27}$$

L'énergie spécifique :

$$SME = \frac{P}{Q} \quad \text{Equation II.28}$$

Le temps de séjour :

$$\bar{t} = \frac{\pi.D.H.L}{Q} \quad \text{Equation II.29}$$

Comme nous l'avons vu précédemment, les paramètres les plus importants sont exprimés en fonction de puissance de rapport des diamètres, nous définirons ainsi :

$$N = \left(\frac{D}{d}\right)^a . n \quad \text{Equation II.30} \quad \quad \quad SME = \left(\frac{D}{d}\right)^i . sme \quad \text{Equation II.31}$$

$$H = \left(\frac{D}{d}\right)^b . h \quad \text{Equation II.32} \quad \quad \quad T = \left(\frac{D}{d}\right)^j . t \quad \text{Equation II.33}$$

$$L = \left(\frac{D}{d}\right)^e . l \quad \text{Equation II.34} \quad \quad \quad Q_{\max} = \left(\frac{D}{d}\right)^m . q_{\max} \quad \text{Equation II.35}$$

$$P = \left(\frac{D}{d}\right)^f . p \quad \text{Equation II.36} \quad \quad \quad \dot{\Gamma} = \left(\frac{D}{d}\right)^o . \dot{\gamma} \quad \text{Equation II.37}$$

$$C = \left(\frac{D}{d}\right)^g . c \quad \text{Equation II.38}$$

Il est ainsi possible de réécrire toutes ces formules de la manière suivante :

$$Q_{\max} = \frac{\pi^2 D^2 . N . H . \sin \theta . \cos \theta}{2} \quad \text{et} \quad q_{\max} = \frac{\pi^2 d^2 . n . h . \sin \theta . \cos \theta}{2}$$

et
$$\frac{Q_{\max}}{q_{\max}} = \left(\frac{D}{d}\right)^2 . \left(\frac{N}{n}\right) . \left(\frac{H}{h}\right) = \left(\frac{D}{d}\right)^m = \left(\frac{D}{d}\right)^2 \left(\frac{D}{d}\right)^a \left(\frac{D}{d}\right)^b$$

Ainsi $m=2+a+b$

Il est possible de décrire de la même façon les autres paramètres :

Débit	$m=2+a+b$
Couple	$g=3+a+e-b$
Puissance	$f=3+2a+e-b$
Energie spécifique	$i=f-m=1+a+e-2b$
Temps de séjour	$j=e-a-1$
Cisaillement	$o=a-b+1$

Si nous fixons : $a=-1/2$ et $b=1/2$, nous retrouvons les résultats du Tableau II.15. Cependant, pour notre cas, en fonction de la géométrie, nous fixons b à 2.4 et e à 1

Si nous voulons obtenir la condition de conservation du cisaillement ($o=0$), il faut que $a=b-1$, soit $a=1.4$.

Nous obtenons ainsi :

Hauteur	$b=2.4$ (imposé)
Cisaillement	$o=a-b+1=0$ (imposé)
Longueur	$e=1$
Vitesse	$a=o+b-1=1.4$
Débit	$m=2+a+b=5.8$
Couple	$g=3+a+e-b=3$
Puissance	$f=3+2a+e-b=4.4$
Energie spécifique	$i=f-m=1+a+e-2b=-1.4$
Temps de séjour	$j=e-a-1=-1.4$

Le calcul et la comparaison aux valeurs expérimentales sont présentés sur les Figure II.133 à Figure II.135.

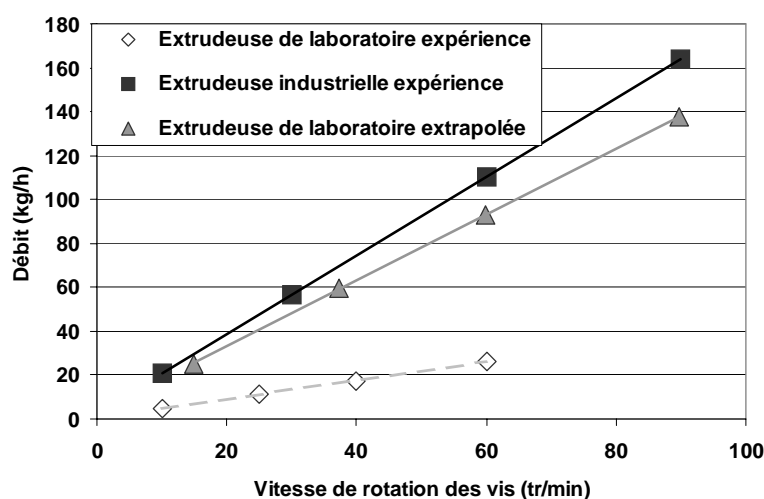


Figure II.133 : Comparaison des valeurs de débit

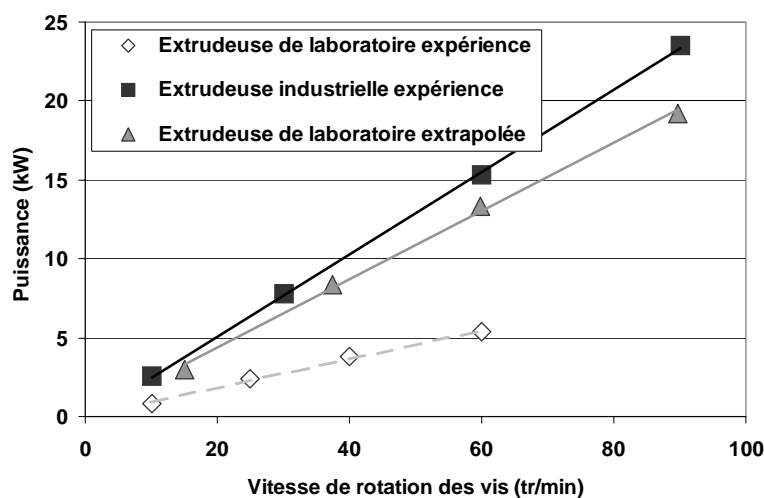


Figure II.134 : Comparaison des valeurs de puissance

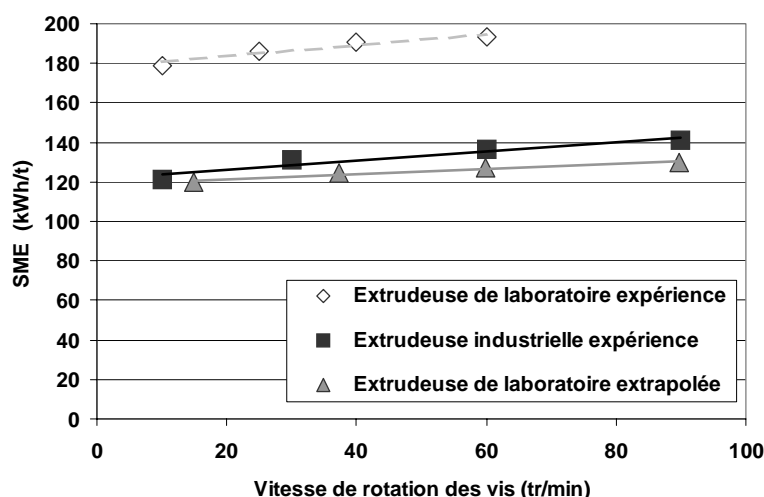


Figure II.135 : Comparaison des valeurs d'énergie spécifique

Compte tenu des hypothèses de départ assez fortes, nous pouvons affirmer que la corrélation entre extrapolation des valeurs expérimentales de l'extrudeuse de laboratoire et les valeurs expérimentales de l'extrudeuse industrielle, en terme de débit (Figure II.133), de puissance (Figure II.134) et d'énergie spécifique (Figure II.135) est très correcte, même si nous sous-estimons légèrement les valeurs expérimentales.

II.6. Conclusion

Durant cette étude, nous avons fait varier successivement quatre paramètres machine : la vitesse de rotation de la vis, celle du galet bourreur, les températures de régulation de la vis et du fourreau. L'influence de chaque paramètre a été mise en évidence en conservant les autres constants et en ne faisant varier que celui concerné. Ainsi pour chacun d'entre eux nous avons pu faire les remarques suivantes :

- Il est inutile de faire tourner le galet bourreur aussi vite que la vis. En revanche, il faut qu'il tourne suffisamment vite de manière à remplir la vis. Une fois la vis remplie, la vitesse du galet n'a plus d'influence ni sur les pressions, ni sur le débit, ni d'ailleurs sur la température. En conséquence la puissance demeure elle aussi identique.
- Le débit varie linéairement avec la vitesse de rotation de la vis. La température matière augmente aussi avec la vitesse de rotation de la vis. En revanche, cette augmentation de débit n'entraîne quasiment pas d'augmentation de pression (aussi bien dans la filière que dans la vis). La vitesse de la vis ne va pas avoir d'influence sur la puissance, la vis étant toujours complètement remplie. Cependant, l'énergie stagne à forte vitesse de rotation de la vis. Cela nous a permis de mettre en évidence l'importance du transfert thermique. L'échauffement de la matière n'est pas dû essentiellement au cisaillement plus intense à forte vitesse, mais plutôt à un transfert thermique avec le fourreau moins efficace à haut débit.
- Le débit augmente de 25% avec une augmentation de 100°C de la température de régulation de la vis. La perte de charge reste constante dans la filière et dans la zone de pompage de la vis. La température augmente de 10 degrés pour une variation de 100°C de la température de régulation de la vis.
- La température de régulation du fourreau n'a qu'une faible influence sur le débit. Nous observons une diminution de la perte de charge en filière et une augmentation dans la zone de pompage de la vis, avec l'augmentation de la température de régulation du fourreau. La

température de sortie augmente linéairement avec la température de régulation du fourreau. Enfin, le débit étant quasiment constant, la courbe de la SME est identique à celle de la puissance. La puissance, elle, diminue avec l'augmentation de la température du fourreau, de 1 kW pour 100 °C.

La comparaison des différents profils de vis, aussi bien entre les vis d'une même machine qu'entre les mêmes vis de machines différentes nous permet de tirer des conclusions intéressantes. Nous avons pu montrer la relative efficacité d'une zone d'alimentation spécifique pour un chargement en granulé (et non en bandes), l'importance du volume libre ou encore l'importance des phénomènes thermiques. Enfin, nous avons montré qu'il semblait plus intéressant d'utiliser la vis MZS, qui débite plus.

Nous avons pu aussi montrer que le fonctionnement d'une extrudeuse à caoutchouc était identique que l'on se trouve sur une petite machine de laboratoire ou sur une extrudeuse de production. Il en découle que les divers comportements de vis s'en retrouvent très proches. Nous avons de plus établi une relation qui nous permettra d'extrapoler des résultats d'une machine d'essai à une machine industrielle.

Bibliographie

- [1] J. F. Agassant, P. Avenas, J. P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, “La mise en forme de matières plastiques”, Lavoisier, Tec & Doc (1996)
- [2] E. B. Bagley, “End corrections in the capillary flow of polyethylene”, J. Appl. Phys., 28, 624-627 (1957)
- [3] J. Baranger K. Najib, “Analyse numérique des écoulements quasi-newtoniens dont la viscosité obéit à la loi puissance ou la loi de Carreau”, Numerische Mathematik, 35, 58 (1990)
- [4] S. Batkam, “Thermique multidomaines en simulation numérique du remplissage 3D”, Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2002)
- [5] N. Bennani, B. Vergnes, C. Guichard, “Extrusion du caoutchouc avec une vis à deux étages”, Caoutch. Plast. 671, 103 (1987)
- [6] N. Bennani, “Etude expérimentale et théorique de l’extrusion des mélanges de caoutchoucs”, Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1987)
- [7] D. I. Bigio, J.D. Boyd, L. Erwin, D.W. Gailus, “Mixing studies in the single screw extruder”, Polym. Eng. Sci., 25, 305-310 (1985)
- [8] E. Bigot, “Simulation tridimensionnelle du remplissage de corps mince par injection” Thèse ‘Sciences et génie des matériaux’, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [9] M.F. Boube, A. Lamy, P. Olivier, “Caractérisation rhéologique appliquée à la modélisation de l’écoulement du caoutchouc lors de sa transformation”, Cahiers Rhéol., 14, 97-106 (1995)
- [10] A.K. Bhowmick, M.M. Hall, H.A. Benarey, “Rubber products manufacturing technology”, Marcel Dekker, New York, (1994).
- [11] F. Brezzi, M. Fortin, “Mixed and hybrid finite elements methods”, Springer, New York (1991)
- [12] R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, “Experimental study of the flow characteristics of rubber compounds in extruder screws”, Rubber Chem. Tech., 59, 634-650 (1986)
- [13] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, “Experimental and theoretical study of the flow characteristics of rubber compounds in an extruder screw”, Inter. Polym. Proc. 3, 130-136 (1987)

- [14] J.C. Chauffoureaux, C. Dehennau, J. Van Rijckevorsel, "Flow and thermal stability of rigid PVC", J. Rheo., 23, 1-24 (1979)
- [15] C.I. Chung, "On the scale up of plasticating extruder screws", Polym. Eng. Sci., 9, 626-632 (1984)
- [16] J. Cizeron, P. Jay, N. El Kissi, J. M. Piau, "Simulation numérique de l'extrusion de fluides visqueux avec glissement à la paroi", Cahiers Rhéol., 14, 555-565 (1995)
- [17] J. M. Dillon, "A simplified extrusion plastometer for unvulcanised rubber", Rubber Chem. Tech. 9, 496-501 (1936)
- [18] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, "Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel", Rhéologie, 2002
- [19] T. Dobbie, D. J. Fleming, J. Busby, "Wall slip : Measuring and flow modeling for processing" Rapra Conference Proceedings, Schremsbury, Shawbury, Shrewsbury, UK, October, 11, 1-6 (1998)
- [20] D. Dospisil, P. Saha, J. Spacek, "Flow behaviour of rubber compounds in extruders", Plast. Rubber Comp. Proc. Appl., 25, 406-410 (1996)
- [21] N. El Kissi, J. M. Piau, "Ecoulement de fluides polymères enchevêtrés dans un capillaire. Modélisation du glissement macroscopique à la paroi", C.R. Acad. Sci. Paris serie 2, 309, 7-9 (1989)
- [22] S. Ertong, P. Schümmer, "Rheological measurements of unvulcanized rubber compounds using a modified Weissenberg rheometer", Xth International Congress on Rheology, Sydney, 1988
- [23] M. Esseghir, V. A. Sernas, SPE ANTEC Techn. Paper, 37, 54-57 (1991)
- [24] E. Felder, "Le contact Métal-Outil en Mise en Forme des Métaux, Frottement, Lubrification, Etat de Surface, Usure", Tome II, Séminaire Mai 1989, Sophia Antipolis France, (1989)
- [25] M. Fortin R. Glowinski, "Méthode de Lagrangien augmenté : application à la résolution numérique de problèmes aux limites", collection Méthodes Mathématiques de l'informatique, Dunod (1982)
- [26] M. Fortin, A. Fortin "Experiments with several elements for viscous incompressible flows " Int. J. Num. Meth. Fluids, 5, 911-928, (1985)
- [27] K. Funatsu, M. Sato, Advances in Rheology, UNAM Press, Mexico, 465 (1984)
- [28] W. Gleißle, Ph D. Thesis, TH Karlsruhe, Allemagne (1969)
- [29] K. Geiger, "Rheologische Charakterisierung von EPDM-Kautschukmischungen mittels Kapillarrheometer-Systemen", Kautschuk Gummi Kunst., 42, 273-283 (1989)

- [30] J.F. Gobeau, "Etude expérimentale et simulation numérique 3D par éléments finis de l'écoulement dans les filières d'extrusion de profilés PVC", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1996)
- [31] S. d'Halewyn, "Etude de l'écoulement d'un mélange d'élastomère dans une filière de profilé", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1992)
- [32] T. J. R Hughes, W. K. Liu, A. Brooks, "Finite analysis of incompressible viscous flows by the penalty function formulation", J. Comput. Physics, 30, 1-60 1979.
- [33] C. Jepsen, N. Rabiger, "Untersuchungen zum Wandgleitverhalten von Kautschukmischungen an einem Hochdruck Kapillar Viscosimeter", Kautschuk Gummi Kuns., 41, 342-352 (1988)
- [34] Z. Ji, A. D. Gotsis, "Numerical study of slip at the walls in the extruder", Intern. Polym. Proc., 7, 132-139 (1992)
- [35] Y.M. Joshi, P.S. Tapadia, A.K. Lele, R.A. Mashelkar, "Temperature dependence of critical stress for wall slip by debonding", J. Non Newt. Fluid Mech., 94, 151-157 (2000)
- [36] R. C. Kanu, M. T. Shaw, "Rheology of polymer blends : simultaneous slippage and entrance pressure loss in the ethylene propylene diene (EPDM)/viton system", Polym. Eng. Sci., 22, 507-511 (1982)
- [37] S. Karam, "Modélisation de l'injection des élastomères chargés : Approche expérimentale et théorique", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1995)
- [38] S. Karam, M. Vincent, Y. De Zelicourt, "Injection moulding of rubber compounds", Intern. Polym. Proc. 13, 209-217 (1998)
- [39] S. J. Kim, T. H. Kwon, "Development of numerical simulation methods and analysis of extrusion processes of particle filled plastic materials subject to slip at the wall", Powder Tech., 85, 227-239 (1995)
- [40] S. J. Kim, T. H. Kwon, "A simple approach to determining three dimensional screw characteristics in the metering zone of extrusion processes using a total shape factor", Polym. Eng. Sci., 35, 274-283 (1995)
- [41] W. Knappe, E. Krumböck, "Slip flow of non plasticized PVC compound", Rheol. Acta, 25, 296-307 (1986)
- [42] K. Kubota, R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Comparison of screw extrusion of rubber compounds with different extruder/screw combinations", Rubber Chem. Tech., 60, 924-944 (1987)
- [43] B. Lanteri, "Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère céramique destiné à l'injection", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, France (1993)

- [44] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion "Rheological behavior of polymer ceramic blend used for injection moulding", J. Mat. Sci. 31, 1751-1756 (1996)
- [45] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Single screw extrusion of viscoplastic fluids subject to different slip coefficient at screw and barrel surface", Polym. Eng. Sci., 34, 1471-1479 (1994)
- [46] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Non-isothermal extrusion flow of viscoplastic fluids with wall slip", Int. J. Heat Mass Transf., 40, 3883-3897 (1997)
- [47] J.L. Leblanc, "Modern Approches to Rubber Processing Problems", Kautsch. Gummi Kunst., 43, 883 (1990)
- [48] J.L. Leblanc, "Pertinent rubber extrusion experiments with an intrumented extruder", J. Elast. Plast., 22, 97-115 (1990)
- [49] J.L. Leblanc, "Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères", Ed Artel, Namur, Belgique, (1996)
- [50] J. P. Lehnen, "Die vererbeitung von kaltgefutternen kautschukmischungen auf einschnecken extrudern", Kunststofftechnik, 9, 197-204 (1970)
- [51] C.-Y. Ma, J.L. White, F. C. Weissert, A. I. Isayev, N. Nakajima, K. Min, "Flow patterns in elastomers and their carbon black compounds during extrusion through dies", Rubber Chem. Tech., 58, 815-829 (1985)
- [52] W. C. Mac Sporrn, "Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry", J. Rheol. 30, 125-132 (1986)
- [53] A. Magnin, J.M. Piau, "Cone and plate rheometry of yield stress fluids : study of an aqueous gel" J. Non Newt. Fluid Mech., 36, 85-108 (1990)
- [54] M. G. Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, J. G. Matisons, N. K. Dutta, K. Bhattacharya, "Rheological behavior of highly filled ethlene propylene diene rubber compounds", Polym. Eng. Sci., 40, 1065-1073 (2000)
- [55] B. Marzetti, "Plastimeter for crude rubber", India Rubber World, 68, 776 (1923)
- [56] H. E. H. Meijer, C.P.J.M. Verbraak, "Modeling of extrusion with slip boundary conditions", Polym. Eng. Sci., 28, 758-772 (1998)
- [57] G. Menges, J. P. Lehnen, "Gummiverarbeitung auf Einschnecken Extrudern", Plastverarbeiter 20, 31-39 (1969)
- [58] A. Mezry, "Loi de glissement de caoutchoucs crus" Thèse 'génie des procédés' INPG, Grenoble (1995)
- [59] S. Middleman, "Flow of power law fluids in rectangular ducts", Trans. Soc.Rheol., 9, 83-93 (1965)

- [60] K. Min, J. L. White, "Flow visualisation investigations of the addition of carbon black and oil to elastomers in an internal mixer", *Rubb. Chem. Tech.*, 60, 361-380 (1987)
- [61] S. Montes, J. L. White, N. Nakajima, "Rheological behavior of rubber carbon black compounds in various shear histories", *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 28, 183-212, (1988)
- [62] M. Mooney, "Explicit formulas for slip and fluidity", *J. Rheol.*, 2, 210-222 (1931)
- [63] M. Mooney, "A shearing disk plastometer for unvulcanized rubber", *Ind. Ing. Chem. Anal. Ed.*, 6, 147-151 (1934)
- [64] M. Mooney, "The rhéology of raw rubber", *Physics*, 7, 413-420 (1936)
- [65] M. Mooney, "The rheology of processing quality of raw rubbers", *J. Coll. Sci.* 7, 69-80 (1947)
- [66] M. Mooney, "Measurement of flow and slip velocity with the shearing disk viscometer", *Proc. Int. Rubber Conf.*, Washington, 368 (1959)
- [67] P. Mourniac, J. F. Agassant, B. Vergnes, "Determination of the wall slip velocity in the flow of a SBR compound", *Rheol. Acta*, 31, 565-574 (1992)
- [68] P. Mourniac, "Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1991)
- [69] T. C. Papanastasion, "Flows of materials with yield", *J. Rheol.*, 31, 385-404 (1987)
- [70] E. Pichelin, "Calcul par éléments finis du remplissage 3D pour fluides viscoélastique : application à l'injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1998)
- [71] C. H. Piper, J. R. Scott, "Rubber plastimeter with uniform rate of shear, shearing-con plastimeter", *J. Sci. Instrum.*, 22, 206-210 (1945)
- [72] O. Pironneau, "Méthodes des éléments finis pour les fluides", collection Recherches en mathématiques appliquées, Masson, Paris (1993)
- [73] H. Potente, H. Lappe, A. Fornefeld, "Verweilzeit bei Einschnecken-extrudern: Wie sich der messtechnische Aufwand in Grenzen hält.", *Plastverarbeiter* 35, 31-33, (1984)
- [74] H. Potente, V. Schöppner, A. Ujma, "Successful simulation of wall slipping plastics", *J. Polym. Eng.*, 17, 153-170 (1997)
- [75] H. Potente, H. Ridder, "Description of the pressure/throughput behavior of a single screw plasticising unit in consideration of wall slippage effects", *PPS-17 Proceedings*, Montreal, Canada (2001)

- [76] H. Potente, M. Kurte, H. Ridder, "Influence of non newtonian behaviour on the processing characteristics at wall slipping materials", PPS-18 Proceedings, Guimares, Portugal (2002)
- [77] C. Rauwendaal, "Polymer Extrusion", Hanser, Munich (1985)
- [78] L. Robert, "Instabilité oscillante de polyéthylènes linéaires : observations et interprétations", Thèse 'Université de nice' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [79] J. Salençon, "Mécanique des milieux continus ", Ellipses, Paris (1988)
- [80] G. Schenkel, "Zur Extrusion von Kunststoffen aus Rechteckkanälen", Kunststoffe, 71, 479-484 (1981)
- [81] M. Sobhanie, A. I. Isayev, "Viscoelastic simulation of flow of rubber compounds", Rubber. Chem. Tech., 62, 939-956 (1988)
- [82] E. Tadmor, I. Klein, "Engineering Principles of Plasticating Extrusion", Van Nostrand Reinhold, New York (1970)
- [83] F. Thomasset, "Implementation of finite element method for Navier Stokes equations ", Springer Series in Computational Physics, Springer, New-York, 148-159 (1981)
- [84] D. M. Turner, M. D. Moore, "The contribution of wall slip in the flow of rubber", Plast. Rubber Proc., 5, 81-84 (1980)
- [85] E. Uhland, "Modell zur Beschreibung des Fließens Wandgleitender Substanzen durch Düsen", Rheol. Acta, 15, 30-39 (1976)
- [86] E. Uhland, "Das anomale Fließverhalten von Polyäthylen hoher Dichte", Rheol. Acta, 18, 1-24 (1979)
- [87] B. Vergnes, N. Bennani, C. Guichard, "Experimental and theoretical approach to the extrusion of rubber compounds with a two stage screw", Intern. Polym. Proc. 1, 19-24 (1986)
- [88] B. Vergnes, S. d'Halewyn, M. F. Boube, "Wall slip and instabilities in the flow of EPDM compounds" in Theoretical and applied rheology, P. Moldenaers and R. Keunings Eds., Elsevier, Amsterdam, 1, 399-401 (1992)
- [89] S. Wiegrefe, "Untersuchungen zum Wandgleitverhalten von EPDM und SBR", Kautsch. Gummi Kunst., 44, 216-221 (1991)
- [90] J.P. Villemare, "Etude d'un rhéomètre à pré-cisaillement : le Rhéoplast. Application à la mesure du comportement visqueux", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1993)
- [91] R. A. Weiss H. Stamato, "Development of an Ionomer Tracer for Extruder Residence Time Distribution Experiments", Polym. Eng. Sci., 29, 134-139 (1989)

- [92] J.L. White, K. Min, C.Y. Ma, R. Brzoskowski, "Basic studies of flow visualisation of processing of elastomers and their compounds : internal mixer and extrusion", J. Polym. Eng., 6, 79-93 (1986)
- [93] J.L. White, D. Huang, "Extrudate swell and extrusion pressure loss of polymer melt flowing through rectangular and trapezoidale dies", Polym. Eng. Sci., 21, 1101-1107 (1981)
- [94] J.L. White, "Rubber Processing, Technology, Materials, Principles", Hanser, Munich (1995)
- [95] J.L. White, H. Han, N. Nakajima, R Brzoskowski, "The influence of materials of construction on biconical rotor and capillary measurements of shear viscosity of rubber and its compounds and considerations of slippage", J. Rheol, 35, 167-189 (1991)
- [96] J.L. White, Y. Wang, A. I. Isayev, N. Nakajima, F. C. Weissert, K. Min, "Modeling of shear viscosity behavior and extrusion through dies for rubber compond", Rubber Chem. Techn. 60, 337-360 (1987)
- [97] W. E Wolstenholme, "Polymer flow behavior from multispeed viscometry", Rubber Chem. Tech., 38, 769-781 (1965)
- [98] A.C-Y Wong J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Dynamic performance of single screw of different configurations", Intern. Polym. Proc., 14, 35-43 (1999)
- [99] A.C-Y Wong, J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Visualization studies on the comparison of mixing characteristics of single screws having different mixing elements", Adv. Polym. Tech., 19, 1-13 (2000)
- [100] Institut national de formation et d'enseignement professionnel du caoutchouc "Synthèse, propriétés et technologie des élastomères", IFOCA, Paris (1984)

CHAPITRE III

MODELISATION DE L'EXTRUSION DES MELANGES D'ELASTOMERES

Chapitre III

Modélisation de l'extrusion des mélanges d'élastomères

I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	171
I.1. INTRODUCTION.....	171
I.2. APPROCHE GLOBALE DE L'EXTRUSION	171
I.2.1. Les approximations classiques	171
I.2.2. Écoulement longitudinal.....	172
I.2.3. Écoulement transversal	174
I.2.4. Facteurs de forme.....	174
I.2.5. Modèle global.....	177
I.3. APPROCHE DE L'EXTRUSION DES ELASTOMERES	179
I.3.1. Fluide à seuil.....	179
I.1.2. Le glissement à la paroi.....	183
I.1.2.1. Modèle Linéaire de glissement	183
I.1.1.2. Loi puissance de glissement.....	189
I.1.1.2.1. Loi puissance sans seuil	189
I.1.1.3. Les modèles non monotones	190
I.2. CONCLUSION	193
II. APPROCHE THEORIQUE.....	195
II.1. INTRODUCTION	195
II.2. LIMITATIONS DU MODELE A UNE DIMENSION	195
II.2.1.1. Le Modèle 1D.....	195
II.2.1.1.1. Mécanique	195
II.2.1.1.2. Thermique	197
II.2.1.2. Prise en compte du remplissage partiel de la vis.....	198
II.2.1.3. Résultats et validation	198
II.2.1.3.1. Variation de la vitesse de rotation de la vis	198
II.2.1.3.2. Variation du débit d'alimentation de l'extrudeuse.....	199
II.2.1.3.3. Variation du nombre de Nusselt	200
II.2.1.4. Comparaison à l'expérience.....	201
II.2.2. Les facteurs de forme	202
II.2.2.1. Calcul des facteurs de forme.....	202
II.2.2.2. Comparaison avec la littérature	205
II.2.2.3. Modèle 1D corrigé grâce aux facteurs de forme	205
II.2.3. Conclusion.....	206
II.3. MODELE A DEUX DIMENSIONS.....	207
II.3.1. Introduction : Présentation du modèle 2D, problème de Stokes	207
II.3.1.1. Position du problème mécanique	207
II.3.1.2. Le formalisme mathématique	208
II.3.1.3. Résolution du problème de Stokes.....	208
II.3.2. Écoulement longitudinal.....	208
II.3.2.1. Le modèle	208
II.3.2.1.1. Le problème fort.....	209
II.3.2.1.2. La formulation faible.....	209
II.3.2.1.3. Résolution des équations aux dérivés partielles.....	210
II.3.2.2. Résultats	211
II.3.2.3. Comparaison à l'expérience.....	212
II.3.3. Écoulement transversal	215
II.3.3.1. Le modèle	215
II.3.3.2. Résultats, validation.....	216
II.3.3.2.1. Poiseuille simple.....	216
II.3.3.2.2. Écoulement transversal.....	219
II.3.4. Couplage longitudinal / transversal.....	222
II.3.4.1. Résultats	223
II.3.4.2. Conclusion.....	227
II.4. MODELISATION 3D	227
II.4.1. Introduction : Présentation du modèle 3D.....	227

II.4.2. Calcul en géométrie déroulée.....	228
II.4.3. Calcul en géométrie réelle	231
II.4.4. Conclusion.....	236
II.5. CONCLUSION.....	238

I. Synthèse Bibliographique

I.1. Introduction

Le but de ces travaux est la compréhension des phénomènes qui gouvernent l'extrusion des élastomères afin de poser les bases d'un modèle adapté. Nous avons développé précédemment les aspects liés à l'écoulement du matériau, à sa rhéologie... Dans cette partie, nous allons nous intéresser à la modélisation de l'écoulement des élastomères dans les extrudeuses, en rappelant les équations de base et les hypothèses générales ainsi que les méthodes de résolution utilisées dans la littérature. Les études bibliographiques qui portent sur la modélisation de l'extrusion sont nombreuses et sont consacrées en majorité aux matériaux thermoplastiques. La modélisation de l'extrusion des caoutchoucs, à cause de la complexité des phénomènes qui se produisent, a été beaucoup moins étudiée.

Nous allons présenter une étude bibliographique concernant les travaux déjà connus sur les caoutchoucs, et nous exposerons les principaux résultats et méthodes développées dans ce cadre. De plus, dans une approche plus locale de la simulation de l'extrusion monovis de caoutchouc, nous présenterons quelques études faisant intervenir le glissement à la paroi.

I.2. Approche globale de l'extrusion

Tous les logiciels commerciaux prennent en compte une approche globale de l'extrusion, et utilisent les approximations suivantes.

I.2.1. Les approximations classiques

Différentes hypothèses ont été formulées pour élaborer un modèle de calcul. Ce sont les hypothèses classiques que l'on utilise en particulier pour la modélisation de l'extrusion des matières thermoplastiques [82].

Les calculs ne s'appliquent qu'aux zones de la vis où l'écoulement est continu et où la matière remplit parfaitement toute la largeur du chenal.

Il est difficile de décrire les écoulements de la matière entre la vis et le fourreau dans un repère fixe par rapport au fourreau. Il est plus commode de considérer que la vis est fixe et que le fourreau tourne à une vitesse angulaire opposée.

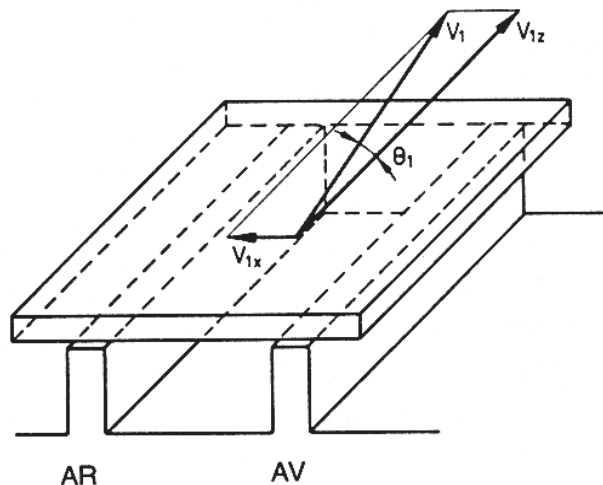


Figure III.1: Déroulement du système vis fourreau [1]

De plus, l'entrefer vis/fourreau étant petit par rapport au diamètre de la vis, on peut dérouler cet espace hélicoïdal pour se ramener à une géométrie plus simple. Chaque chenal de la vis est alors assimilé à un parallélépipède fixe et le fourreau est considéré comme une plaque plane se déplaçant avec une vitesse V_1 par rapport au chenal, dans une direction faisant un angle θ_1 avec l'axe du chenal (Figure III.1).

La profondeur du chenal de la vis est faible devant sa largeur, ce qui permet de négliger les effets de bord. La profondeur du chenal et sa largeur sont supposées constantes dans chaque tranche de l'écoulement.

Le produit a un comportement pseudoplastique qui peut être décrit par une loi puissance. Il n'y a pas de glissement du produit, ni au niveau du fourreau ni au niveau de la vis. Le chenal est découpé en tranches élémentaires, la résolution des équations de la mécanique et de la thermique dans chaque tranche, considérée comme isotherme, permet de calculer l'évolution tout le long de la vis du gradient de pression, de la température moyenne et du champ de vitesse. Telles sont les hypothèses qu'utilise CEMEXTRUD [5] [6].

I.2.2. Ecoulement longitudinal

Dans le cas où l'on néglige l'existence d'un jeu entre l'arête de filet et le fourreau, c'est l'écoulement longitudinal qui détermine le débit de l'extrudeuse.

Pour un fluide newtonien, on peut exprimer le champ de vitesse en fonction des valeurs relatives du débit de cisaillement Q_c et du débit de contre-pression Q_p [1].

$$w = V_{1z} \left[\frac{y}{H_p} - 3 \frac{Q_p}{Q_c} \frac{y}{H_p} \left(1 - \frac{y}{H_p} \right) \right] \quad \text{Equation III. 1}$$

Le débit Q_c est indépendant des caractéristiques de la filière. C'est le débit maximal de la zone de pompage que l'on obtiendrait en l'absence de filière. Le débit Q_p dépend de la surpression à la fin de la zone de pompage, donc de la filière que l'on adapte à la fin de l'extrudeuse.

$$Q_c = W \frac{V_{1z}}{2} H_p \quad \text{et} \quad Q_p = \frac{W H_p^3}{12 \eta} \frac{\Delta p}{Z_p} \quad \text{Equation III.2}$$

On s'aperçoit nettement sur la Figure III.2 que dès que $Q_p/Q_c > 1/3$, il apparaît un écoulement dirigé vers l'amont de la zone. De plus, il semblerait que cet écoulement se fasse à la partie inférieure du chenal.

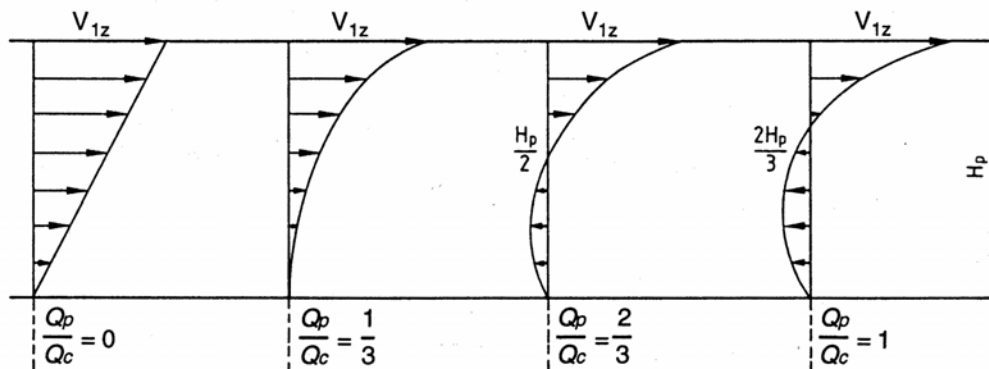


Figure III.2 : Evolution du profil de vitesse longitudinal en fonction des débits de cisaillement et de contre pression [1]

❖ Meijer et Verbraak [56] ont obtenu les mêmes profils de vitesse par résolution du système isotherme et newtonien, (Figure III.3). Le paramètre “a” correspond à Q_p/Q_c et est donné par :

$$a = \frac{\frac{1}{12\eta} \frac{dP}{dx} H^3}{\frac{1}{2}UH} = \frac{H^2}{6\eta U} \frac{dP}{dx'} \quad \text{Equation III.3}$$

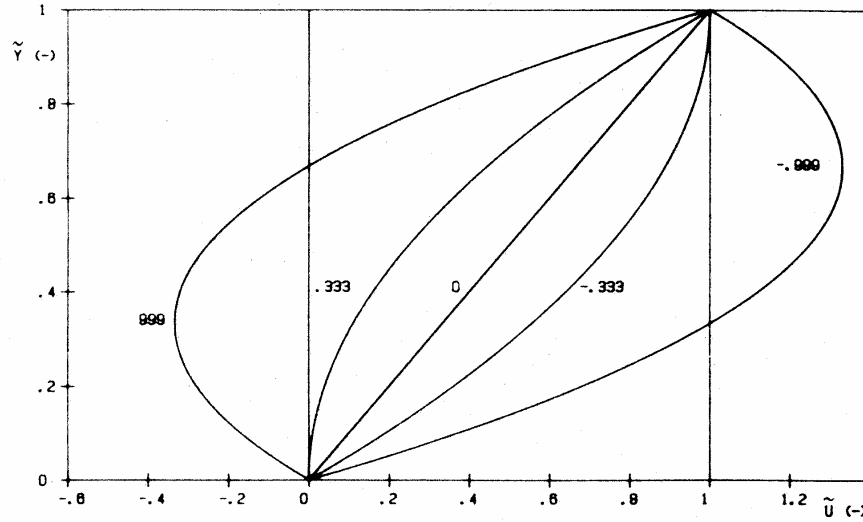
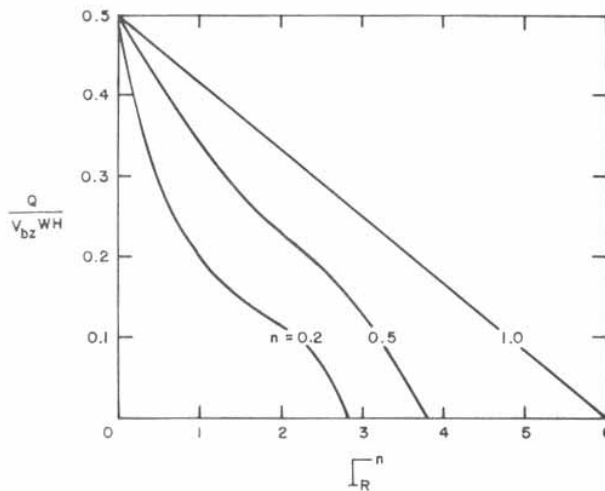


Figure III.3 : Profil de vitesse pour différentes valeurs de a [56]

❖ Rauwendaal [56], Tadmor et Klein [82] ou encore White [94] ou Potente et Ridder [75] ont résolu ces équations de l'écoulement longitudinal, pour le cas newtonien, mais également dans le cas d'une loi puissance, et pour différentes valeurs de m . La Figure III.4 montre la courbe caractéristique adimensionnée débit-pression pour des coefficients de pseudoplasticité compris entre 0.2 et 1. Dans le cas Newtonien, la relation est linéaire, ce qui est bien sûr de moins en moins le cas avec des m décroissants.



$$\text{Avec } \Gamma = \frac{H}{V_{bz}} \left(\frac{H}{m} \frac{\partial P}{\partial z} \right)^{1/n}$$

Figure III.4 : Relation débit pression adimensionnée en fonction de l'indice de pseudo-plasticité [82]

I.2.3. Écoulement transversal

Nous pouvons également rappeler le profil de vitesse dans l'écoulement transverse (Figure III.5). Le polymère se déplace de l'avant vers l'arrière du chenal dans le tiers supérieur, puis revient de l'arrière vers l'avant dans les deux tiers inférieurs.

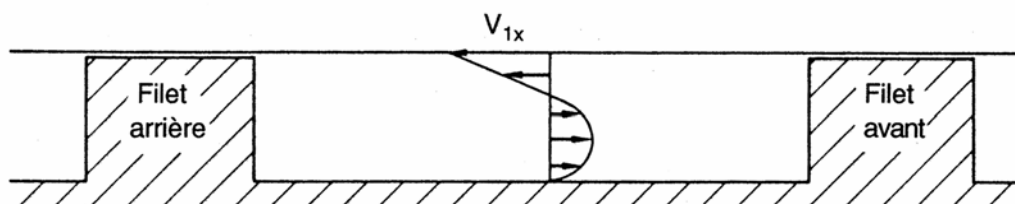


Figure III.5 : Profil de vitesse dans l'écoulement transverse [1]

En fait, il est nécessaire de prendre en compte simultanément l'écoulement transverse et l'écoulement longitudinal pour saisir le sens physique réel de ces profils de vitesse. La Figure III.6 montre qu'une particule située initialement au niveau du fourreau (A) parcourt à très grande vitesse le segment AB, descend le long des arêtes du filet (BC), puis revient légèrement et à faible vitesse en arrière (CD), avant de remonter le long du filet avant pour se retrouver à nouveau dans la configuration A. Une particule située au contraire plus loin du fourreau (A') parcourt à une vitesse moyenne le segment A'B', descend très peu le long du filet arrière B'C', puis continue à s'écouler vers l'avant à très faible vitesse (C'D') avant de se retrouver dans la configuration A'.

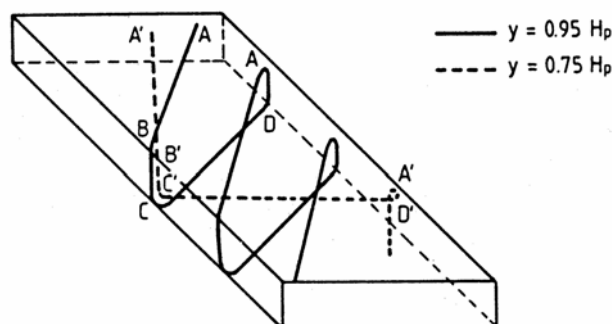


Figure III.6 : Trajectoires du polymère fondu dans la zone de pompage pour $Q_p/Q_c > 2/3$ [1]

Dans tous les cas, les particules décrivent donc des trajectoires hélicoïdales dans la zone de pompage. Par contre, le pas de ces hélices peut être très différent suivant la position initiale de la particule et le rapport Q_p/Q_c .

I.2.4. Facteurs de forme

Affirmer que le débit total est la somme du débit de cisaillement et du débit de contre pression n'est vrai que pour un comportement newtonien et une largeur de chenal infinie, ou tout au moins très grande devant l'épaisseur. Lorsque cette condition n'est pas remplie, il faut corriger les débits de contre pression et de cisaillement par des facteurs de forme F_d et F_p .

$$Q = F_d \cdot Q_c - F_p \cdot Q_p$$

Equation III.4

F_d et F_p ne sont fonction que du rapport hauteur sur largeur. Leurs expressions sont données par Tadmor et Klein [82] :

$$F_d = \frac{16W}{\pi^3 H} \sum_{i=1,3,5}^{\infty} \frac{1}{i^3} \tanh \frac{i\pi H}{2W} \quad \text{Equation III.5}$$

$$F_p = 1 - 192 \frac{H}{\pi^5 W} \sum_{i=1,3,5}^{\infty} \frac{1}{i^5} \tanh \frac{i\pi H}{2W} \quad \text{Equation III.6}$$

❖ Rauwendaal [77] propose d'utiliser les expressions approchées suivantes, pour des valeurs de H/W inférieures à 0.6 :

$$F_d = 1 - 0.571 \frac{H}{W} \quad \text{Equation III.7}$$

$$F_p = 1 - 0.625 \frac{H}{W} \quad \text{Equation III.8}$$

Pour un comportement non-newtonien, il n'est théoriquement plus possible de découpler écoulement longitudinal et écoulement transversal, ni de superposer débit de cisaillement et débit de contre-pression. Cette notion de facteur de forme est donc à priori inutilisable pour l'extrusion. Elle le reste cependant pour le calcul d'écoulements simples dans des conduites. F_d et F_p sont alors fonction de l'indice de pseudo plasticité m .

❖ Différents auteurs ont calculé ces deux facteurs :

White et Huang [93] précisent que la relation n'est valable, pour des valeurs de m inférieures à 1, que lorsque l'on est en présence de grandes valeurs de ϕ . Par exemple, pour $m=0.4$, ϕ doit être proche de 10. (ϕ est le rapport W/H)

$$F_p = \frac{1}{\left[1 + \frac{m^{1/3} \cdot 3^{1/\phi}}{2 \cdot \phi} \right]} \quad \text{Equation III.9}$$

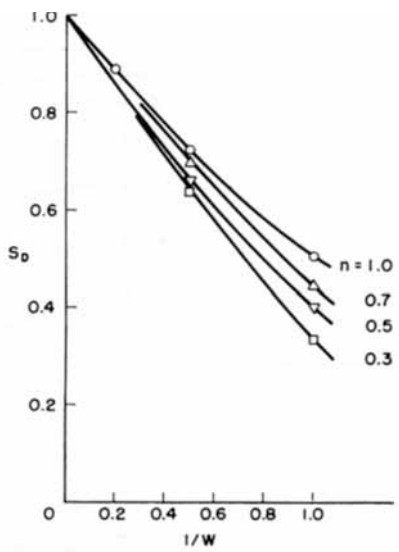


Figure III.7 : Facteur de forme F_d pour différentes valeurs de m [59]

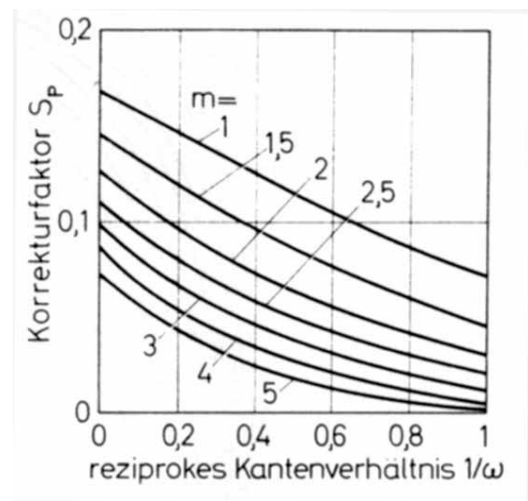


Figure III.8 : Facteur de forme F_p pour différentes valeurs de m ($\omega = W/H$) [80]
 $S_p = (1/2) \cdot (1/(m+2)) \cdot F_p$

Middleman [59] effectue un calcul par différence finie, de manière itérative (Figure III.7). Mourniac et al. [67] travaillent avec des éléments finis et montrent l'erreur commise pour un calcul de Poiseuille simple en fonction du rapport H/W et du coefficient de pseudo plasticité (Figure III.9). Schenkel [80] montre également l'importance des facteurs de forme (Figure III.8).

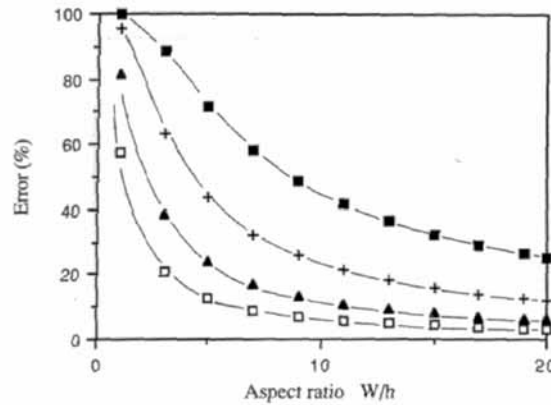


Figure III.9 : Erreur commise sur le débit pour un écoulement de Poiseuille simple entre la solution analytique et numérique [67]
 □ $m=1$ ▲ $m=0.41$ + $m=0.2$ ■ $m=0.1$

❖ Kim et Kwon [40] proposent le calcul d'un facteur de forme global, qu'ils définissent comme le rapport des débits d'un écoulement prenant en compte les effets de bord et un écoulement entre plaque de largeur infinie :

$$F_t = \frac{Q_{3D}}{Q_{2D}}$$

Equation III.10

Ils séparent l'écoulement en deux régions A et B. En effet, l'écoulement dans la région A n'est que 2D. Puis ils calculent les débits et leur rapport. On aboutit ainsi à l'obtention d'un facteur global.

$$F_t = \frac{q_{2D}[W/H - (W/H)_0] + q_{3D,B}}{q_{2D}(W/H)}$$

$$= 1 - \frac{(W/H)_0}{W/H} \left[1 - \frac{q_{3D,B}}{q_{2D}(W/H)_0} \right]$$

Equation III.11

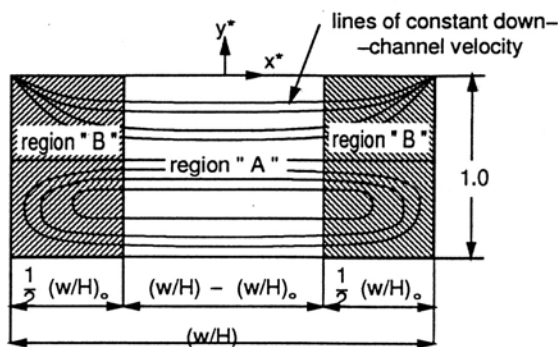


Figure III.10 : Les deux régions de l'écoulement [40]

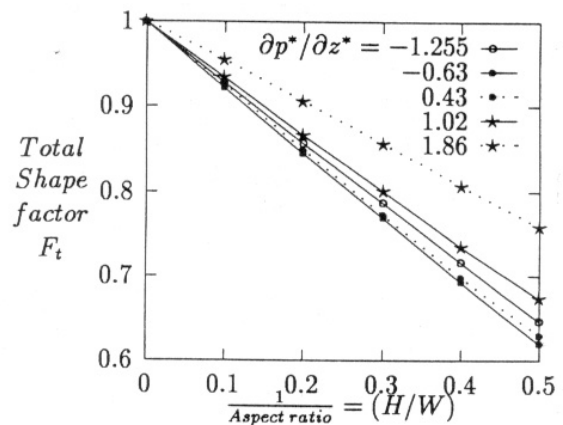


Figure III.11 : Facteur de forme global en fonction du gradient de pression pour $m=0.4$ [40]

Cependant, l'utilisation de cette méthode n'est pas aisée car elle nécessite au préalable le calcul de diverses relations et la réalisation d'abaques. De plus, les auteurs ne nous présentent des résultats que pour des coefficients de pseudo-plasticité de 1 et 0,4.

I.2.5. Modèle global

❖ Les résultats présentés Figure III.12, ont été obtenus avec le logiciel CEMEXTRUD développé au CEMEF. Le modèle permet de calculer les évolutions de la pression et de la température moyenne le long de la vis. Il faut remarquer que, par rapport à un modèle d'extrusion de thermoplastiques classiques, il faut connaître un paramètre supplémentaire qui est la longueur de la zone remplie. Notons enfin que c'est cette approche qui sera dans un premier temps utilisée et éventuellement modifiée dans la suite.

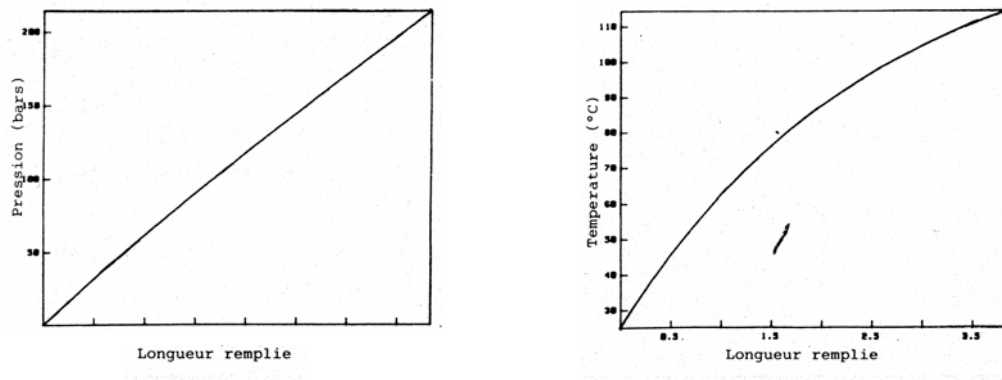


Figure III.12: Pression et température le long de la vis avec un mélange de Butyle [6]

Vergnes et al. [87] ont utilisé ce même modèle pour une extrudeuse dégazeuse à deux étages. Même si le modèle prend en compte les transferts thermiques au niveau de la vis et du fourreau, le matériau est considéré comme collant aux parois : aucun glissement n'est pris en compte (Figure III.13).

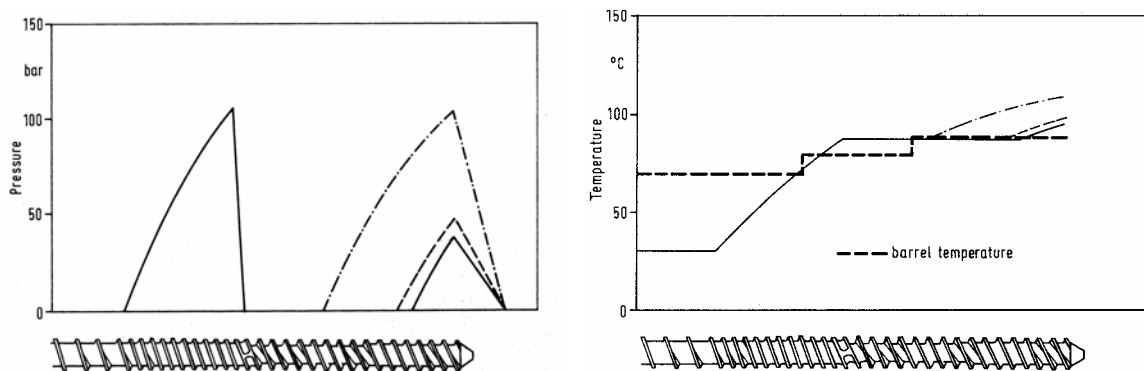


Figure III.13 : Evolution de la pression et de la température le long de la vis pour trois diamètres de filières différentes — 10mm, --- 5mm et - - - 3mm [87]

Lors de la confrontation des résultats expérimentaux et théoriques, Bennani [6] trouve des différences d'un facteur 2 sur les débits, pour certaines géométries de vis.

❖ Vergnes et al. [87] décrivent comment le remplissage partiel de la vis a été pris en compte dans le deuxième étage d'une vis dégazeuse. Ceci est explicité sur la Figure III.13.

Suite à des observations expérimentales, le premier étage sera supposé totalement rempli. La pression après l'étranglement est prise égale à la pression d'entrée, c'est-à-dire à la pression

atmosphérique. Pour une vitesse de rotation donnée, nous avons une valeur du débit, de la pression maximum avant la restriction (en effet celle-ci augmente le long du chenal de vis, atteint un maximum au niveau de l'étranglement puis décroît très rapidement jusqu'à 0) et de la température T_e à la sortie du premier étage.

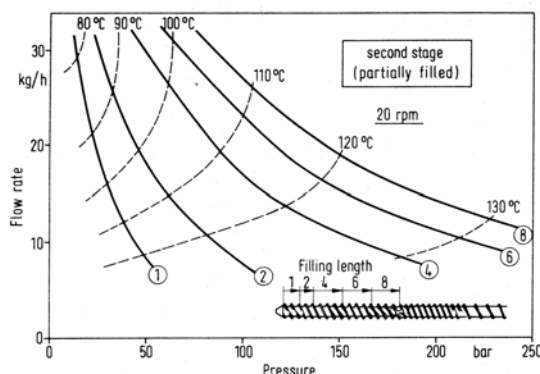


Figure III.14 : Courbes caractéristiques débit pression du second étage à 20 tr/mn pour différentes longueurs remplies [87]

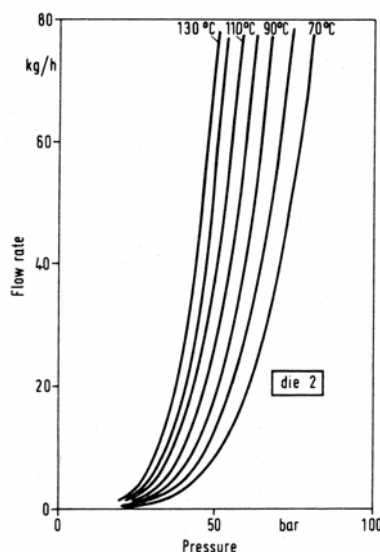


Figure III.15 : Courbes caractéristiques de la filière [87]

Le deuxième étage admet alors comme température d'alimentation T_e . Son débit de fonctionnement sera celui calculé dans le premier étage.

De manière à déterminer la longueur remplie dans le second étage, nous allons suivre les étapes suivantes : Calcul et tracé des courbes débit/pression, à une vitesse donnée, à différentes longueurs remplies possibles. La Figure III.14 montre les courbes obtenues pour des valeurs de remplissage variant entre 1 et 8 tours de vis (8 correspondant à un remplissage complet).

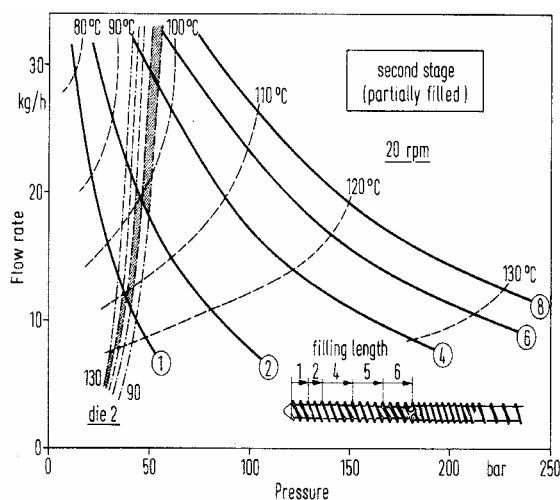


Figure III.16 : Zone de fonctionnement possible du couple second étage / filière n°2 à 20 tr/mn pour différentes longueurs remplies [87]

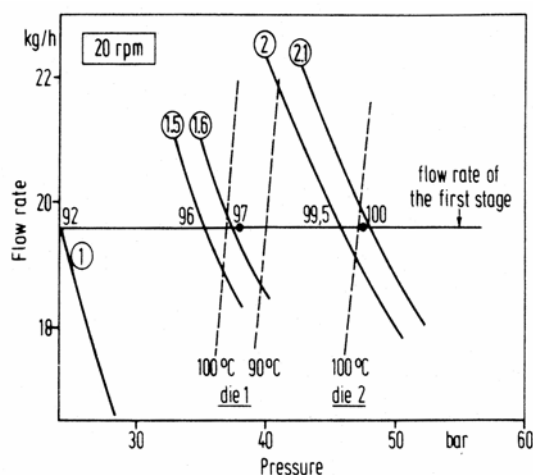


Figure III.17 : Détermination du point de fonctionnement (●) du deuxième étage à 20 tr/mn [87]

Le remplissage effectif du deuxième étage va être conditionné par la pression nécessaire au passage du débit Q dans la filière. Pour tenir compte de la filière, nous traçons les caractéristiques débit/perte de charge comme le montre la Figure III.15. La superposition des caractéristiques

filière et des caractéristiques du deuxième étage obtenue précédemment pour chaque longueur remplie permet de définir les zones de fonctionnement possibles du système deuxième étage/filière (Figure III.16). Ces dernières correspondent aux zones d'intersection où la température en tête de vis et la température à l'entrée de la filière sont égales.

Pour obtenir le point de fonctionnement effectif, il faut maintenant se rappeler que le débit est imposé par le premier étage. La longueur remplie du deuxième étage est obtenue en cherchant, à ce débit donné, l'intersection d'une caractéristique vis et d'une caractéristique filière à la même température. La pression et la température en tête de vis sont également obtenues (Figure III.17).

❖ Dans l'approche suivante qui fait intervenir un modèle de fluide à seuil, Brzoskowski et al. [13] montrent bien l'importance de ne prendre en compte que le remplissage partiel (si tel est le cas) de la vis. En effet, celui-ci peut avoir une influence non négligeable sur les valeurs de débit par exemple. Sur la Figure III.18, on peut voir un résultat de comparaison entre expérience et simulation. Le débit en fonction de la pression en tête de vis est représenté. La courbe 1 représente une simulation supposant la vis totalement remplie, tandis que la courbe 2, qui colle beaucoup mieux à l'expérience, a été calculée en prenant en compte un remplissage partiel.

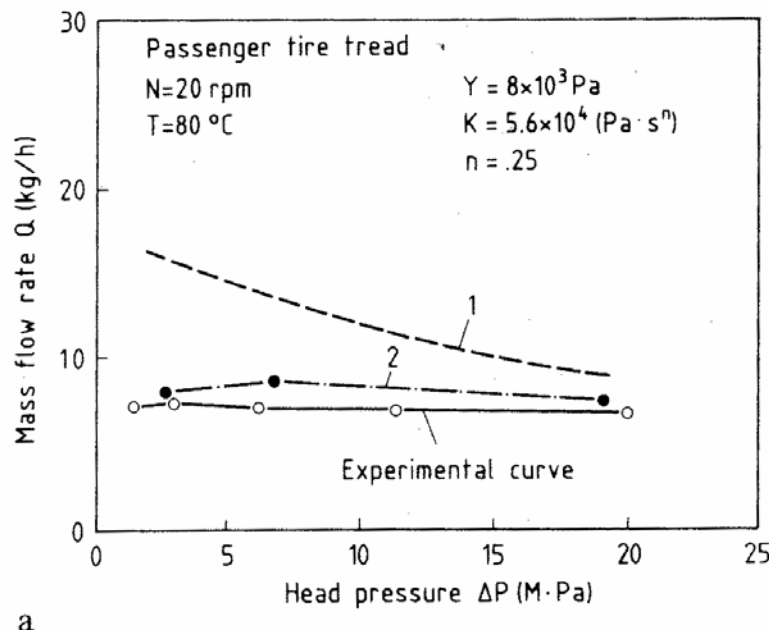


Figure III.18 : Comparaison simulation/expérience, débit en fonction de la pression en tête de vis [13]

Cependant, la prise en compte de la longueur remplie est dans ce cas totalement expérimentale, à la différence des simulations de Vergnes et al. [87]. On est en mesure de se demander l'intérêt de prendre en compte dans une simulation numérique des paramètres expérimentaux en tant qu'entrée. Le seul but est de bien montrer leur importance sur les calculs, mais cela ne permet en aucun cas d'effectuer des calculs prédictifs.

I.3. Approche de l'extrusion des élastomères

I.3.1. Fluide à seuil

Un fluide à seuil est un fluide qui ne s'écoule que pour une contrainte supérieure ou égale à une contrainte critique σ_0 . Les fluides de BINGHAM ou de HERSHEY-BULKLEY font partie de cette catégorie. Le fluide de BINGHAM a un comportement newtonien après la contrainte

critique σ_0 , alors que le fluide de HERSCHEL-BULKLEY a un comportement pseudo-plastique après σ_0 .

❖ Brzoskowski et al. [13] ont tenté de montrer comment l'existence d'une contrainte limite d'écoulement pouvait modifier le comportement du produit dans le chenal de vis.

Ils définissent un modèle d'HERSCHEL-BULKLEY ainsi :

$$\begin{aligned} \frac{dv_1}{dx_2} &= 0 & \sigma_{12} < Y \\ \sigma_{12} &= Y + K \left(\frac{dv_1}{dx_2} \right)^n & \sigma_{12} > Y \end{aligned} \quad \text{Equation III.12}$$

L'analyse mono-dimensionnelle et isotherme de l'écoulement conduit à l'équation III.13. Le cisaillement et la recirculation dans le sens transverse sont négligés. Ce seul fait remet en cause la légitimité même de ce genre d'approche. En effet, la prise en compte de l'écoulement transverse altère le taux de cisaillement et pourrait modifier la valeur de contrainte seuil. De plus, la zone morte ou d'écoulement bouchon décrite ci-après serait modifiée par l'intégration d'une composante transverse.

$$\sigma_{12} = \frac{Y \left(\frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)}{\sqrt{\left(\frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_1}{\partial x_3} \right)^2}} + K \left[\left(\frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_1}{\partial x_3} \right)^2 \right]^{\frac{n-1}{2}} \left(\frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)$$

Equation III.13

En fait, la résolution analytique ne peut se faire que pour un modèle de BINGHAM (n unitaire).

Les profils de vitesse qui se développent dans le chenal de vis pendant l'écoulement sans glissement aux parois d'un fluide d'HERSCHEL-BULKLEY, sont décrits par les trois cas suivants (Figure III.19).

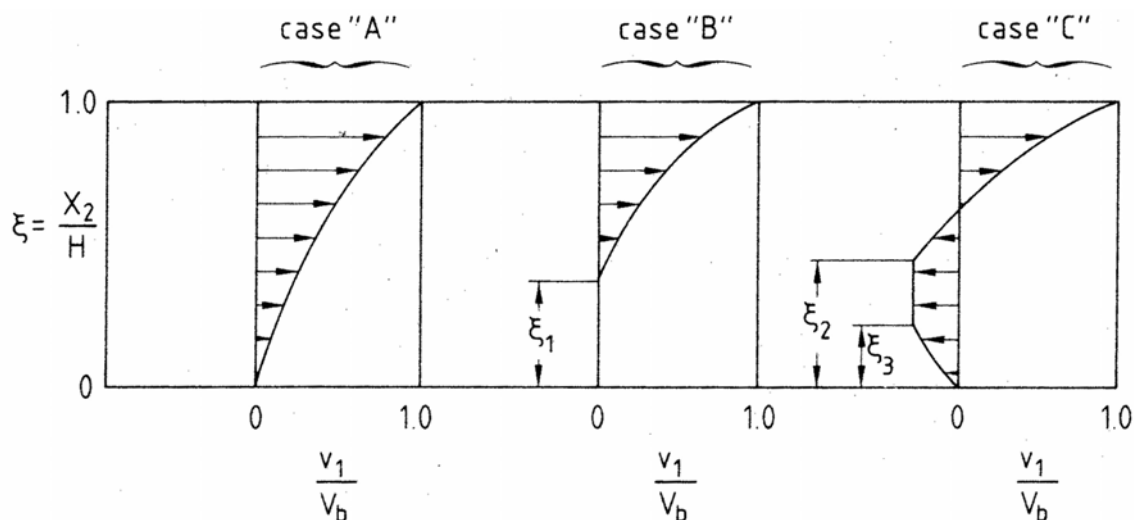


Figure III.19 : Profils de vitesse dans le chenal de vis pour un fluide à seuil [13]

- cas "A" : on note un écoulement de cisaillement pour tout x_2 .
- cas "B" : on dénote une zone morte proche de la surface de la vis, et du cisaillement au-dessus.
- cas "C" : deux surfaces se développent, avec comme résultat l'existence d'un écoulement bouchon pour $\xi_2 \leq x_2 < \xi_3$, et d'un écoulement de cisaillement pour $x_2 < \xi_3$ et $x_2 > \xi_2$.

Brzowski et al. [13] résolvent numériquement l'équation suivante :

$$0 = -\frac{\partial p}{\partial x_1} + \frac{\partial}{\partial x_2} \left[Y + K \left(\frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)^n \right] \quad \text{Equation III.14}$$

qu'ils adimensionnent ainsi,

$$0 = -\frac{\partial p^*}{\partial x_1^*} + \frac{\partial}{\partial x_2^*} \left[N_{BI} + \left(\frac{\partial v_1^*}{\partial x_2^*} \right)^n \right] \quad \text{Equation III.15}$$

avec :

$$p^* = \frac{p}{K(V/H)^n} \quad \text{Equation III.16}$$

$$N_{BI} = \frac{YH^n}{KV^n} \quad \text{Equation III.17}$$

Ils présentent alors pour un coefficient de pseudo-plasticité fixe ($m=0.25$), l'effet du nombre de Bingham, et par voie de conséquence, de la contrainte limite (Figure III.20).

Sur la Figure III.21, pour un nombre de Bingham fixe, ils montrent l'influence du coefficient de pseudo-plasticité sur la relation débit-pression. La comparaison avec la Figure III.4, fait apparaître des différences importantes. Pour le cas newtonien, la relation n'est plus linéaire.

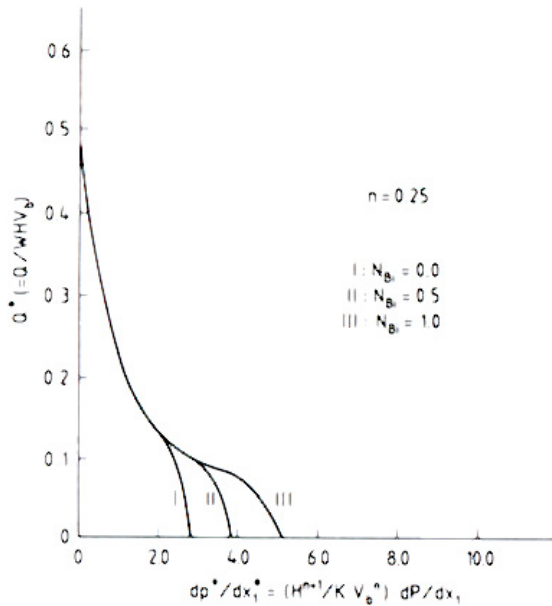


Figure III.20 : Relation débit –pression pour différents nombres de Bingham [13]

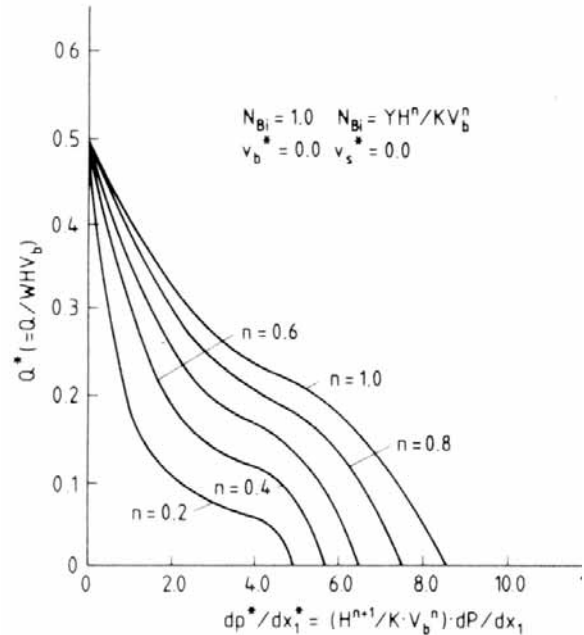


Figure III.21 : Relation débit–pression pour différents indices de pseudo-plasticité [13]

❖ Bennani [6] a étudié le comportement d'un corps de Bingham dans le système vis fourreau en se plaçant dans le cas d'un écoulement entre deux plans parallèles, où l'un de ces plans est animé avec une vitesse V . L'écoulement se fait avec une mise en pression ΔP sur une longueur L (Figure III.22).

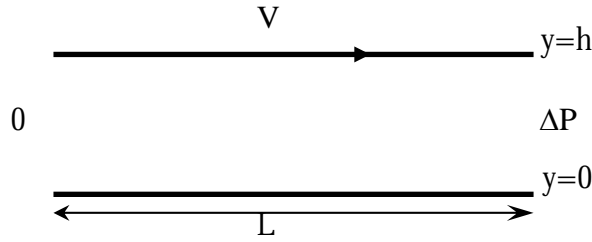


Figure III.22 : Ecoulement entre deux plans parallèles

La loi de comportement mono-dimensionnelle d'un corps de BINGHAM s'écrit :

$$\begin{aligned} |\tau| < \tau_0 \quad \dot{\gamma} &= 0 \\ |\tau| > \tau_0 \quad \tau(y) &= \eta \frac{dw}{dy} + \tau_0 \operatorname{signe} \left(\frac{dw}{dy} \right) \end{aligned} \quad \text{Equation III.18}$$

On suppose qu'il n'y a pas de glissement du produit ni au niveau de la vis, ni au niveau du fourreau.

Le tenseur des contraintes s'écrit : $[\sigma] = -pI + [\tau] = \begin{bmatrix} -p & 0 & 0 \\ 0 & -p & \tau(y) \\ 0 & \tau(y) & -p \end{bmatrix}$ Equation III.19

En écrivant l'équation d'équilibre dynamique : $\operatorname{div}[\sigma] = 0$ et en introduisant une constante positive σ_c égale à la cission à mi-distance entre les deux plaques, de manière à bien rendre compte de la cission due uniquement au champ de cisaillement, on obtient :

$$\tau(y) = \frac{\Delta P}{L} \left(y - \frac{h}{2} \right) + \sigma_c \quad \text{Equation III.20}$$

Dans le cas de déformation du produit, nous avons l'association des deux conditions précédentes :

$$\begin{cases} \tau(y) = \frac{\Delta P}{L} \left(y - \frac{h}{2} \right) + \sigma_c \\ \tau(y) = \eta \frac{dw}{dy} + \tau_0 \operatorname{signe} \left(\frac{dw}{dy} \right) \end{cases} \quad \text{Equation III.21}$$

En résolvant ce système d'équation dans les différents cas, on montre qu'il peut exister trois types d'écoulement suivant les valeurs de : $\eta, h, \frac{\Delta P}{L}$ et τ_0 ,

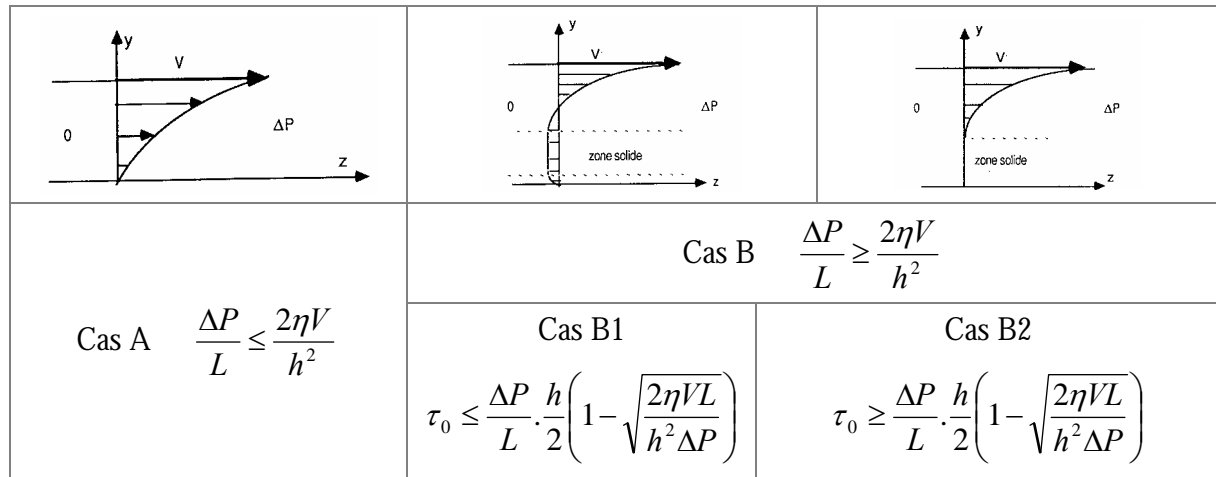


Figure III.23 : Profils de vitesse [6]

Dans le cas A, le profil de vitesse est indépendant de la valeur de τ_0 . Pour le cas B2 on dénote sur la Figure III.23 une zone morte proche de la surface de la vis, et du cisaillement au-dessus.

L'auteur montre que l'existence d'une contrainte limite τ_0 dans l'écoulement dans le chenal de vis (avec des conditions de non-glissement) n'a d'influence que dans le cas de forte mise en pression, c'est-à-dire lorsqu'il existe des zones de recirculation. Dans ce dernier cas, il peut exister deux types d'écoulement suivant la valeur de τ_0 . Dans ces deux cas l'existence de τ_0 limite la recirculation et ne fait qu'augmenter le débit de matière. On retrouve ici exactement les mêmes résultats que ceux de Brzaskowski et al. [13], présentés sur la Figure III.19. L'inconvénient majeur de ce type d'approche réside encore dans la non prise en compte de l'écoulement transverse, qui peut affecter les niveaux des seuils et les profils décrits.

I.3.2. Le glissement à la paroi

Une loi de glissement s'exprime en fonction de plusieurs paramètres qui caractérisent à la fois les matériaux en présence et leur contact mécanique. Elle peut être linéaire, de type puissance ou bien semi ou totalement empirique, ce qui peut conduire à certaines aberrations.

I.3.2.1. Modèle Linéaire de glissement

❖ Meijer et Verbraak [56] ont introduit dans leur modèle une loi de glissement de type linéaire. On notera qu'il est possible d'affecter des coefficients différents au fourreau et à la vis.

$$\begin{array}{lll}
 y = 0 & u = u_o & \tau = -c_o u_o \\
 y = H & u = u_h = U - u_s & \tau = -c_h u_s
 \end{array}
 \quad \text{Equation III.22}$$

La Figure III.24, pour un "a" fixé à 1/3 ("a" étant le rapport de débit de contre pression et de cisaillement), met en évidence l'importance de la prise en compte du glissement. Le coefficient de glissement est pris identique à la paroi du fourreau et de la vis. Pour la valeur ∞ , nous retrouvons un profil de vitesse sans glissement identique à celui de la Figure III.3. L'autre limite est l'écoulement bouchon pour une valeur nulle, avec le même glissement sur les deux parois. Entre ces deux limites, nous voyons que, pour une même valeur de pression et pour un glissement croissant, le profil de vitesse est ralenti au niveau du fourreau et accéléré au niveau de la vis.

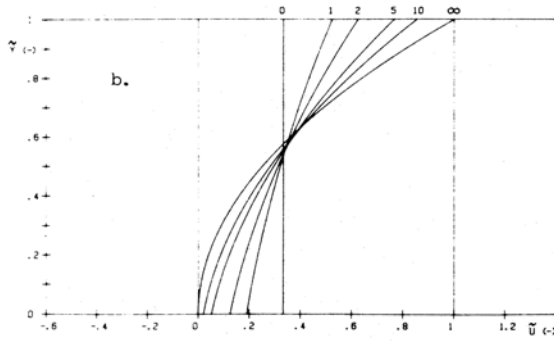


Figure III.24 : Profil de vitesse pour différentes valeurs du glissement et "a" optimisé (1/3) [56]

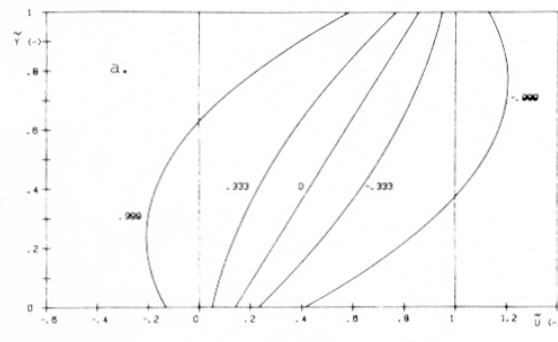


Figure III.25 : Profil de vitesse pour différentes valeurs de "a" et pour un glissement fixe et identique sur la vis et le fourreau (=5) [56]

La Figure III.25 montre les profils de vitesse pour différentes valeurs de "a" avec un coefficient de glissement pris égal à 5 et identique sur la vis et le fourreau. Pour $a=0$, nous avons un écoulement de cisaillement simple. La comparaison avec la Figure III.3. fait apparaître une vitesse plus importante sur la vis et moins importante sur le fourreau. En revanche lorsque "a" augmente, la vitesse augmente aussi bien sur la vis que sur le fourreau, et inversement lorsque "a" diminue.

La Figure III.24 montre que le débit diminue avec l'augmentation du glissement, ceci est confirmé par la Figure III.26.

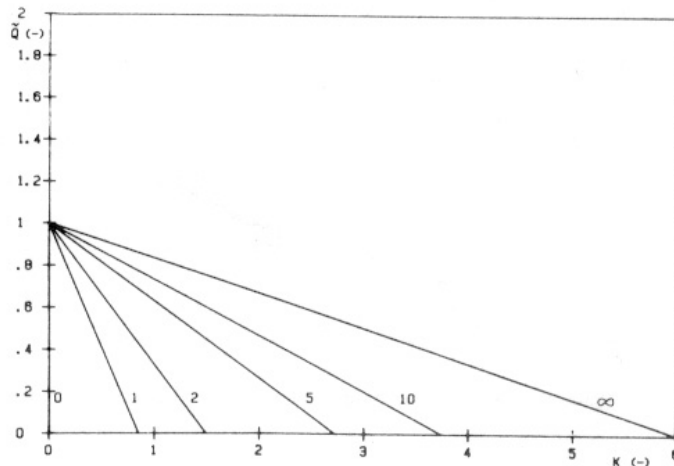


Figure III.26 : Relation débit pression pour différentes valeurs du glissement [56]

$$\tilde{Q} = \frac{Q}{2UH} \quad \text{Equation III.23}$$

$$K = \frac{dP}{dx} \cdot \frac{H^2}{\eta U} \quad \text{Equation III.24}$$

❖ Lawal et Kalyon [46] ont étudié le problème de l'extrusion des fluides viscoplastiques sujets à un glissement aux parois aussi bien au niveau du fourreau que de la vis. Pour ce faire, ils ont employé des suspensions concentrées de polymère et céramique composite. Le fluide est décrit par le modèle de HERSHEY-BULKLEY.

$$\tau_{yz} = -m \left| \frac{du_z}{dy} \right|^{n-1} \frac{du_z}{dy} \pm \tau_0 \quad |\tau_{yz}| \geq \tau_0$$

$$\frac{du_z}{dy} = 0 \quad |\tau_{yz}| \leq \tau_0$$

Equation III.25

où m et n sont les caractéristiques du matériau, τ_0 la valeur du seuil et τ_{yz} la contrainte de cisaillement.

Les valeurs de glissement à la paroi peuvent être ajustées grâce à l'équation suivante :

$$u_s = \beta \tau_w \quad \text{Equation III.26}$$

où u_s est le coefficient de glissement de Navier et τ_w le cisaillement à la paroi.

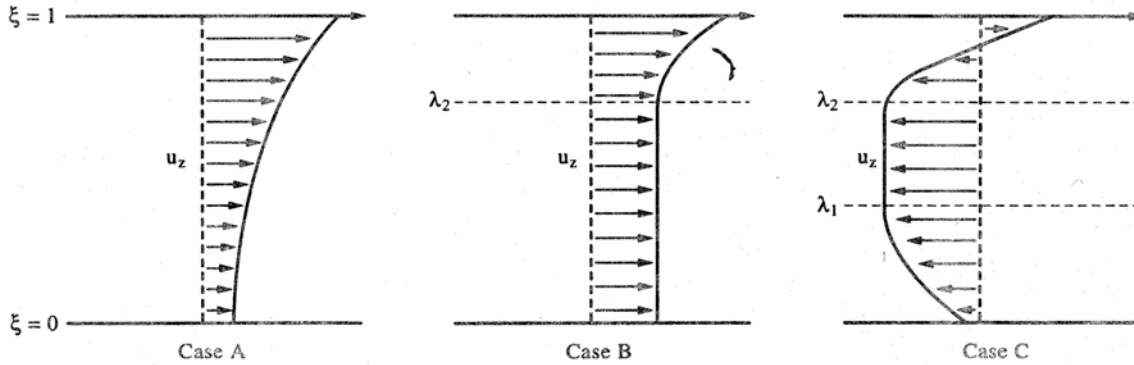


Figure III.27 : profils de vitesse selon les différents cas [46]

En résolvant ces équations, Lawal et Kalyon [46] retrouvent évidemment les mêmes cas que chez Brzoskowski et al. [13] (Figure III.19).

La Figure III.28a présente des exemples de résultats obtenus en faisant varier le seuil critique de contrainte du modèle de HERSCHEL-BULKLEY. On peut voir qu'en deçà d'un gradient de pression de 20MPa/m, soit pour une valeur de débit supérieure à 100 kg/hr, les courbes se superposent, et l'intérêt d'un tel modèle est limité. La Figure III.28b donne les profils de vitesse correspondants. On se rend compte que l'on se trouve en fait dans le cas A de la Figure III.27. Un grossissement de la zone près de la vis montre que la vitesse du fluide va croître avec la contrainte. Le comportement inverse peut être observé sur le fourreau. Il aurait été plus judicieux de présenter un cas avec un débit inférieur de façon à mieux rendre compte de l'influence de la contrainte seuil.

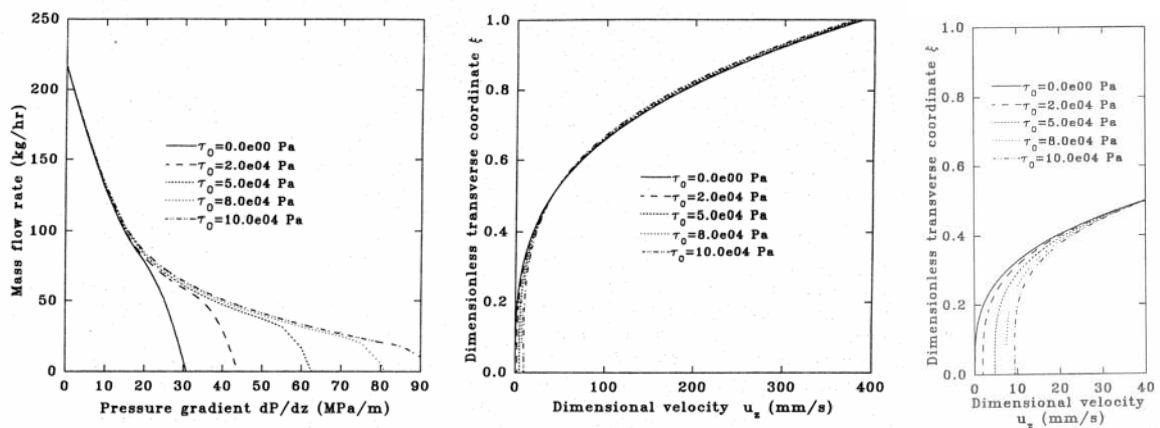


Figure III.28 : a- Débit en fonction du gradient de pression dans une extrudeuse pour différentes valeurs de contrainte seuil, b- profils de vitesse correspondants pour $Q=100\text{kg/h}$, c- Grossissement [46]

Enfin, comparons par l'intermédiaire de la Figure III.29, l'influence du coefficient de glissement. Le même a été choisi pour le fourreau et la vis. La prise en compte du glissement montre bien un glissement sur la vis, et une diminution de la vitesse à la surface du fourreau.

Comme précédemment, nous observons une diminution du débit avec le glissement (Figure III.30).

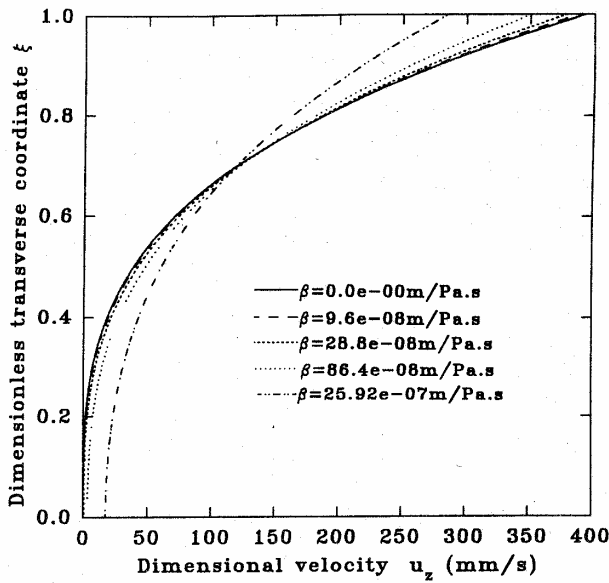


Figure III.29 : Profils de vitesse pour différentes valeurs du coefficient de glissement, identique sur le fourreau et la vis [46]

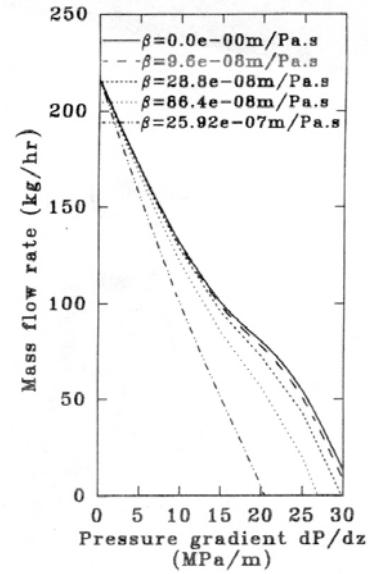


Figure III.30 : Relation débit/pression pour différentes valeurs du glissement [46]

Les mêmes auteurs [45] montrent l'influence relative du glissement sur la vis et le fourreau, pour cela ils définissent φ comme étant le rapport du coefficient de glissement sur le fourreau et du coefficient de glissement sur la vis (Figure III.31).

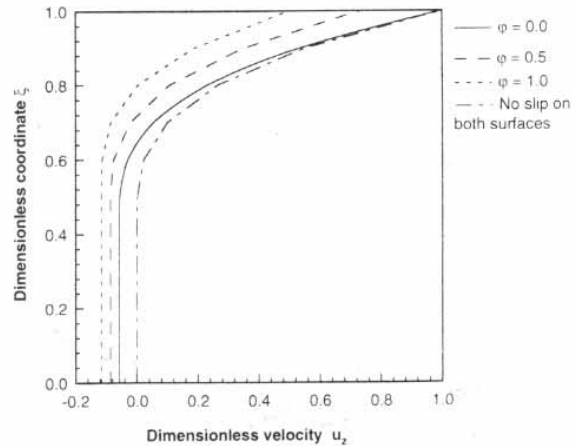
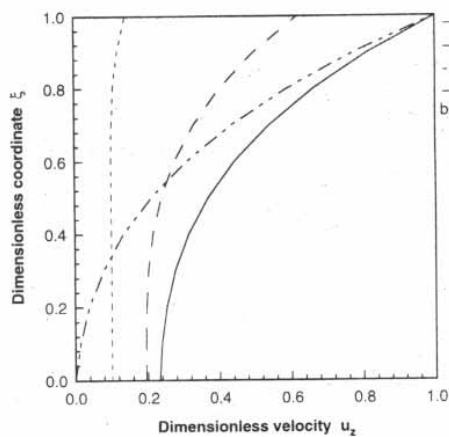


Figure III.31 : Profils de vitesse pour différentes valeurs de φ avec un gradient de pression de 15 MPa/m (a) et 50 MPa/m (b) [45]

❖ Différents auteurs indiquent l'existence d'une contrainte limite τ_{crit} en dessous de laquelle ils n'observent aucun glissement. Ji et Gotsis [34] utilisent dans leurs travaux une loi puissance qui tient compte de cette contrainte critique. Ils ont effectué une étude numérique par éléments finis du glissement aux parois dans le procédé d'extrusion.

La vitesse de glissement dépend de plusieurs paramètres : τ_w la contrainte de cisaillement, P la pression, T la température, α l'interaction paroi/fluide et σ l'état de surface des parois.

$$u_s = f(\tau_w, \alpha, \sigma, P, T) \quad \text{Equation III.27}$$

On peut trouver dans la littérature des études sur la fonction f . Ici, les auteurs utiliseront un cas général, α étant un coefficient englobant les propriétés des parois et τ_{crit} la contrainte de cisaillement aux parois critique en deçà de laquelle il n'y a pas de glissement.

$$u_s = \alpha(\tau_w - \tau_{crit})^m, \tau > \tau_{crit} \quad \text{Equation III.28}$$

m sera pris égal à 1 et τ_{crit} égale à 0, ce qui amène donc à une loi linéaire. L'utilité de proposer une loi puissance, pour ne pas en tenir compte, n'est pas très claire. D'autres auteurs ont directement utilisé des lois linéaires, comme nous l'avons vu.

A cause de la discontinuité de la viscosité que peut introduire un modèle de BINGHAM, et qui est une source d'instabilité de la méthode de résolution numérique, une approximation de ce modèle proposée par Papanastasiou [69] a été utilisée :

$$\tau_{ij} = \left[\eta_0 + \frac{\tau_y (1 - e^{-n_b \|\dot{\gamma}\|})}{\|\dot{\gamma}\|} \right] \dot{\gamma}_{ij} \quad \text{Equation III.29}$$

La Figure III.32 montre les résultats de la simulation du problème formulé par une méthode de Garlerkin, en mettant en évidence l'intérêt de l'incorporation du glissement à la paroi. On remarquera que la section d'écoulement de la Figure III.32 ne ressemble pas du tout à celle de chenaux de monovis déroulés, mais plutôt à ceux d'une extrudeuse bivis.

Les conditions aux limites sont les suivantes pour un non glissement aux parois :

$$\text{sur la vis :} \quad U_x = U_y = U_z = 0 \quad \text{Equation III.30}$$

$$\text{sur le fourreau :} \quad U_x = V_b \sin \theta, U_y = 0, U_z = V_b \cos \theta, \quad \text{Equation III.31}$$

Lorsque le glissement apparaît nous avons :

$$(V_b - u) \cdot s = U_s \quad \text{Equation III.32}$$

$$(V_b - u) \cdot n = 0 \quad \text{Equation III.33}$$

La Figure III.32 fait apparaître des profils différents lorsque le glissement est ajouté. On retrouve les mêmes types d'évolution que sur la Figure III.25. Pour un gradient de pression positif, le glissement a pour conséquence une diminution des vitesses. Tandis que pour un gradient négatif, nous observons une augmentation des vitesses. La répercussion sur le débit est identique, il diminue quand le glissement augmente pour des gradients de pression positifs. Les auteurs ne le précisent pas mais on peut penser que le phénomène est inverse pour des gradients négatifs (Figure III.33).

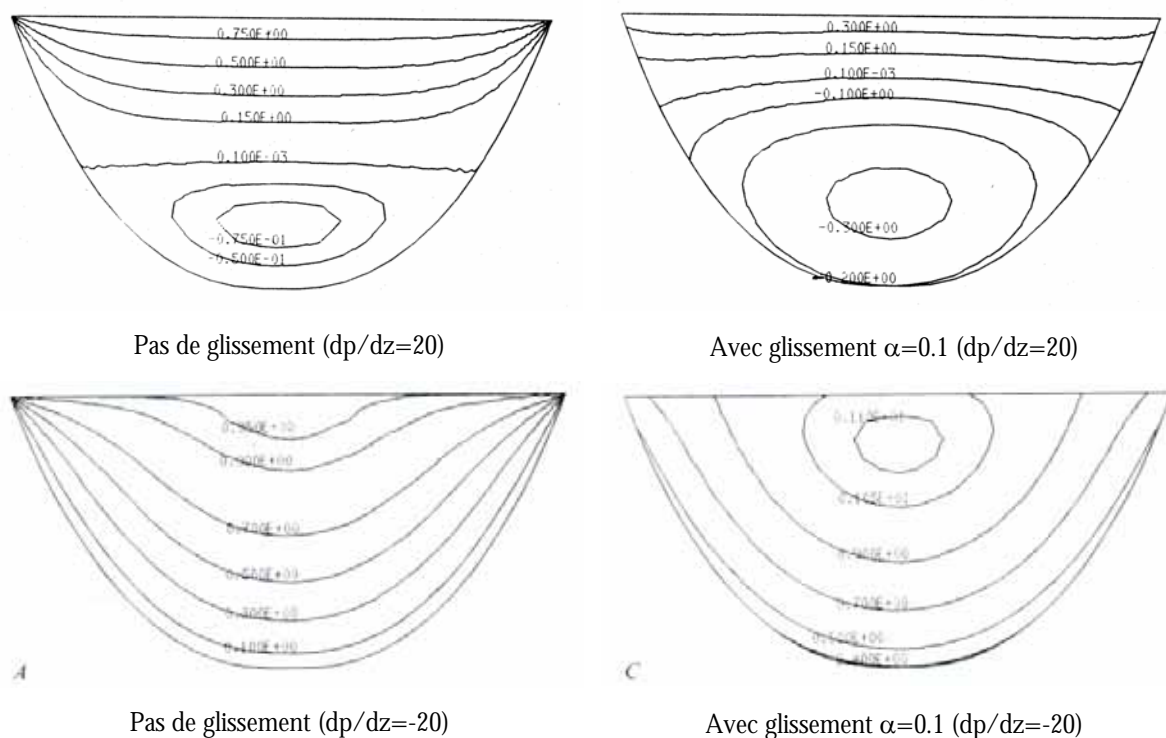


Figure III.32 : Profils de vitesse sur une coupe transverse du chenal de la vis [34]

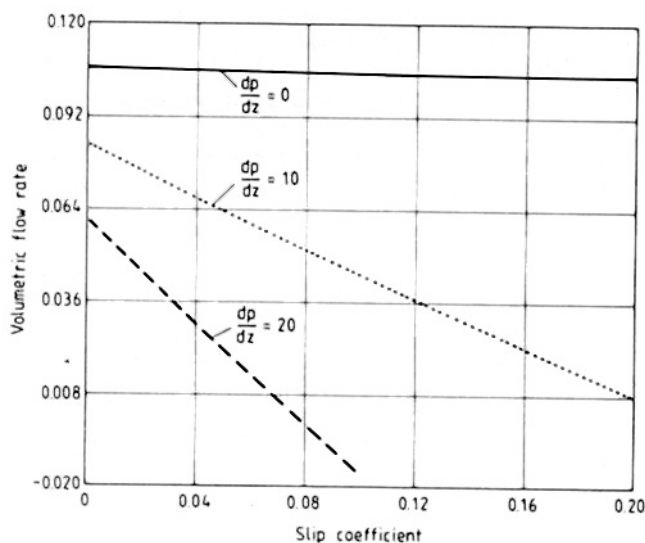


Figure III.33 : Débit en fonction du coefficient de glissement [34]

La Figure III.34 présente les composantes de vitesse de glissement suivant z pour différents gradients de pression, aussi bien négatifs que positifs. En abscisse, nous avons le contour d'une coupe transverse d'un chenal de vis. Les valeurs de $s=0$ et $s=0.9$ correspondent aux deux coins supérieurs en contact avec le fourreau.

Tout d'abord, il y a deux extrema en A et B, supposés provenir d'une forte contrainte de cisaillement dans cette région. Mais ils pourraient également être dus à une singularité numérique.

De manière globale, on notera que pour un gradient de pression positif, il y a plutôt un glissement sur le fourreau, celui sur la vis demeurant raisonnable. Cette tendance s'inverse pour un gradient de pression négatif, en effet la vitesse de glissement prend des valeurs plus

importantes sur la vis. La raison de ce glissement plus important sur la surface de la vis provient d'une contrainte de cisaillement plus importante dans cette région dans ce cas là.

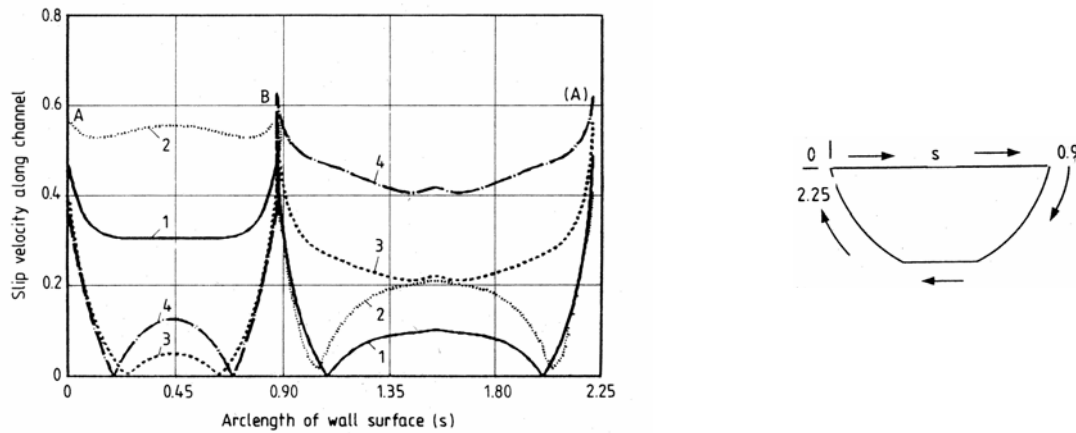


Figure III.34 : Composante de la vitesse de glissement suivant z [34]

1 – $\alpha = 0.05, dp/dz = 20$; 2 – $\alpha = 0.1, dp/dz = 20$, 3 – $\alpha = 0.05, dp/dz = -20$,
4 – $\alpha = 0.1, dp/dz = -20$

I.3.2.2. Loi puissance de glissement

I.3.2.2.1. Loi puissance sans seuil

❖ Kim et Kwon [40] ont utilisé une méthode par éléments finis pour simuler en quasi 3D l'écoulement d'un fluide dans une extrudeuse monovis en prenant en compte le glissement en paroi.

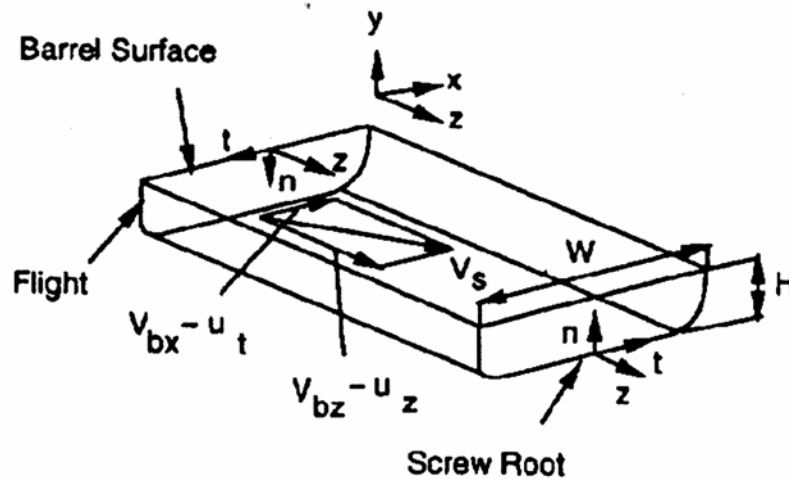


Figure III.35 : Système de coordonnées et conditions limites pour un modèle quasi 3D avec glissement aux parois [40]

Ils simplifient le problème en prenant l'écoulement incompressible, isotherme et en négligeant les termes du gradient de vitesse comprenant $\partial/\partial z$, c'est pourquoi le modèle est dit quasi 3D. La géométrie et les conditions limites sont décrites sur la Figure III.35. La prise en compte du glissement va être simplifiée, seule une dépendance de la vitesse de glissement avec la contrainte de cisaillement aux parois est retenue.

$$V_s = \alpha(\tau)^m$$

Equation III.34

avec V_s la vitesse de glissement, α et m , des données matière.

La rhéologie du matériau est introduite sous la forme d'un modèle de Cross :

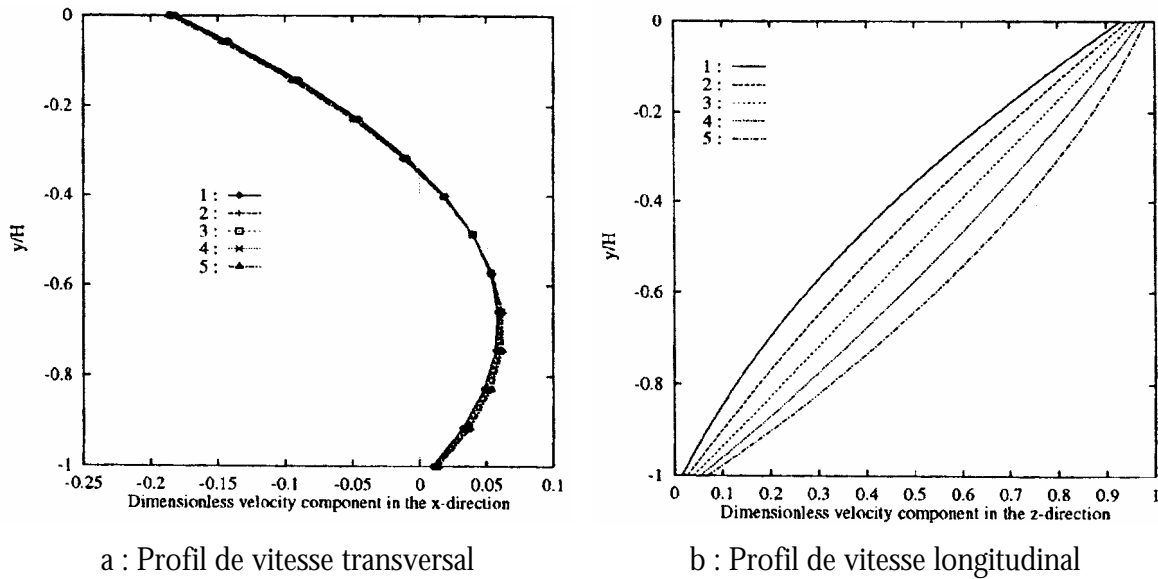
$$\eta(\dot{\gamma}, T) = \frac{\eta_0}{1 + C(\eta_0 \dot{\gamma})^{1-n}}$$

Equation III.35

avec η la viscosité, T la température, $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement généralisée.

Le problème a été discrétisé avec une méthode de Galerkin, puis résolu par une méthode de Newton-Raphson de manière à pouvoir résoudre de façon itérative la non-linéarité aussi bien dans le sens transverse que longitudinal du chenal. La Figure III.36 présente quelques résultats.

Les Figure III.36a et Figure III.36b nous permettent de remarquer que la vitesse est bien évidemment plus importante sur le fourreau, et que la vitesse sur la vis n'est jamais nulle. Sur la Figure III.36a on obtient la même allure de profil de vitesse suivant la direction x que celui obtenu par Agassant et al., sans glissement, [1] (Figure III.5). On remarque bien une recirculation de la matière au tiers de la profondeur du chenal de vis. Contrairement à la figure précédente, on voit sur la Figure III.36b, des courbes différentes pour des pressions différentes. On retrouve les courbes obtenues par Meijer et Verbraak [56] à la Figure III.3. Cependant, l'incorporation du glissement montre que selon l'importance du gradient de pression, et son signe, la vitesse de glissement peut être plus ou moins importante.



a : Profil de vitesse transversal

b : Profil de vitesse longitudinal

1- $\partial p / \partial z = 1.0 (N / cm^3)$, 2- $\partial p / \partial z = 0.5 (N / cm^3)$, 3- $\partial p / \partial z = 0 (N / cm^3)$,
 4- $\partial p / \partial z = -0.5 (N / cm^3)$, 5- $\partial p / \partial z = -1.0 (N / cm^3)$

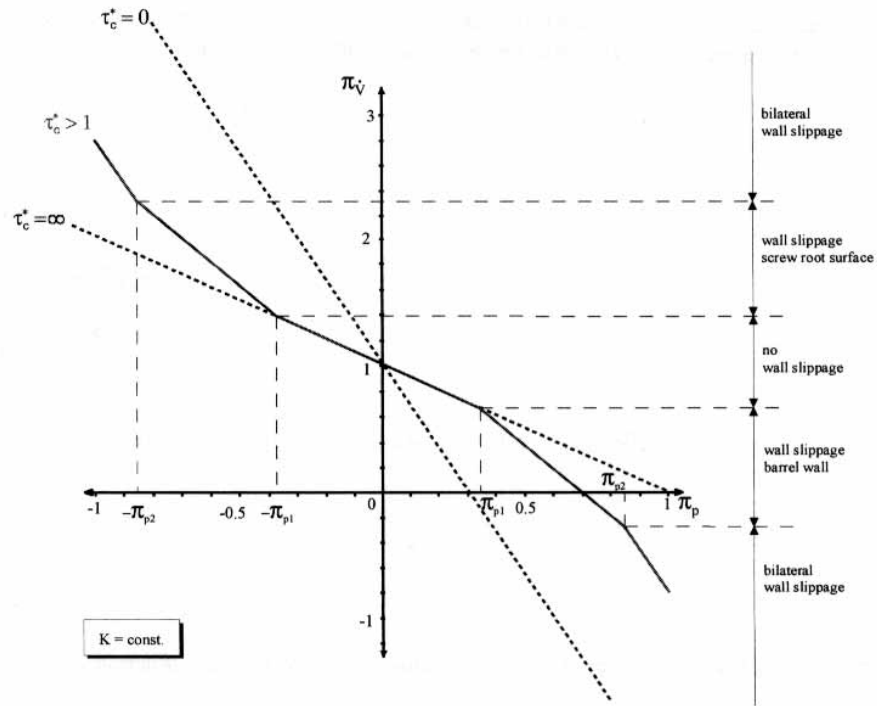
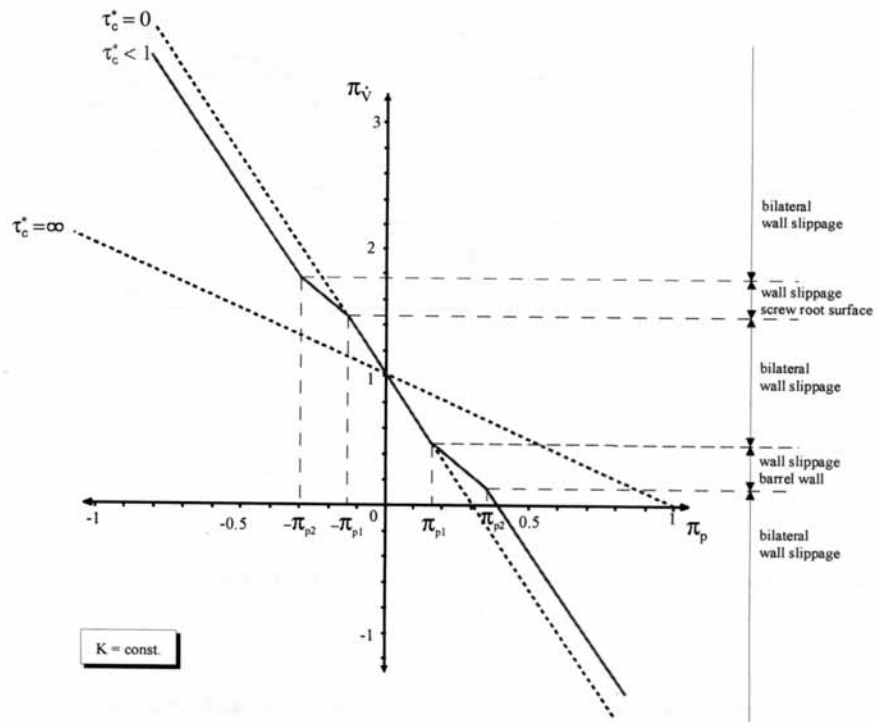
Figure III.36 : Résultats de simulation de Kim et Kwon [40]

I.3.2.3. Les modèles non monotones

❖ Potente et al. [76] décrivent les relations débit pression pour le procédé d'extrusion monovis, pour des fluides non newtoniens présentant des phénomènes de glissement à la paroi. Ils se placent dans des cas isothermes et utilisent une loi de glissement de ce type :

$$v_{sl}^* = a \sinh \left[b \left(\frac{\tau_{sl}^*}{\tau_c^*} - 1 \right) \right]$$

Equation III.36

Figure III.37 : Influence du glissement sur les relations pression débit pour $\tau_c^* > 1$ Figure III.38 : Influence du glissement sur les relations pression débit pour $\tau_c^* < 1$

Toutes les données sont adimensionnées (signification de l'astérisque), τ_c^* est la contrainte critique où le glissement s'initie, τ_{sl}^* la contrainte de glissement, a et b sont deux constantes et enfin v_{sl} la différence de vitesse entre les parois et le matériau.

Dans le traitement du problème, ils montrent un point de discontinuité sur les courbes d'écoulement en capillaire pour deux cas : la contrainte critique étant supérieure ou inférieure à 1.

Ils étudient alors l'influence du glissement sur les relations pression-débit pour chacun des cas : (Figure III.37 et Figure III.38).

$$\pi_p = \frac{\dot{V}}{\frac{1}{2} HB v_{0z}}$$

Equation III.37

$$\pi_p = \frac{H^{1+n}}{6Kv_0^n} \frac{\partial p}{\partial z}$$

Equation III.38

Pour $\tau_c^* > 1$ l'adhérence aux parois prévaut. Au fur et à mesure que la valeur absolue du gradient de pression adimensionnée $|\pi_p|$ augmente, on évolue vers un glissement unilatéral, sur la vis ou sur le fourreau. Enfin, on aboutit à un glissement sur les deux parois lorsque $|\pi_p|$ augmente encore.

Pour $\tau_c^* < 1$, le glissement bilatéral prévaut tout d'abord. Celui-ci se convertit en unilatéral puis redevient bilatéral avec l'augmentation de $|\pi_p|$.

Pour chacun de ces deux cas, il est possible de tracer les profils de vitesse pour différentes valeurs de gradient de pression (Figure III.39 et Figure III.40). On retrouve sur ces schémas les différents profils présentés précédemment par d'autres auteurs.

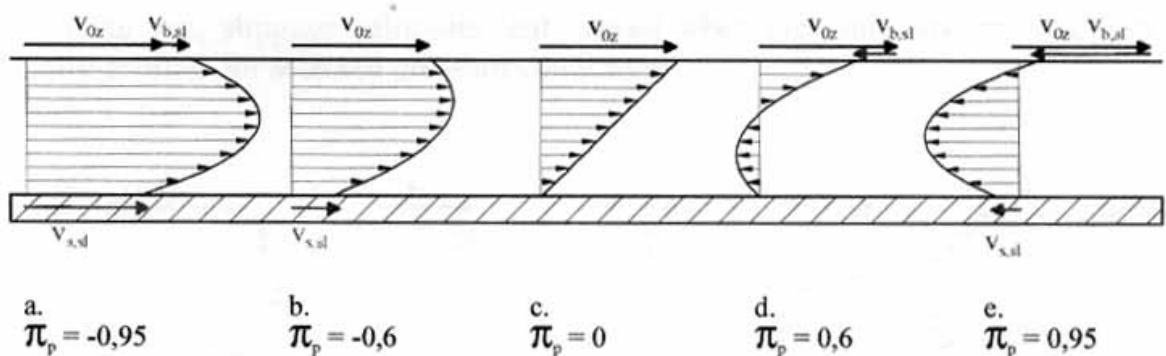


Figure III.39 : Profil de vitesse pour $\tau_c^* = 2.2$ pour différents gradients de pression

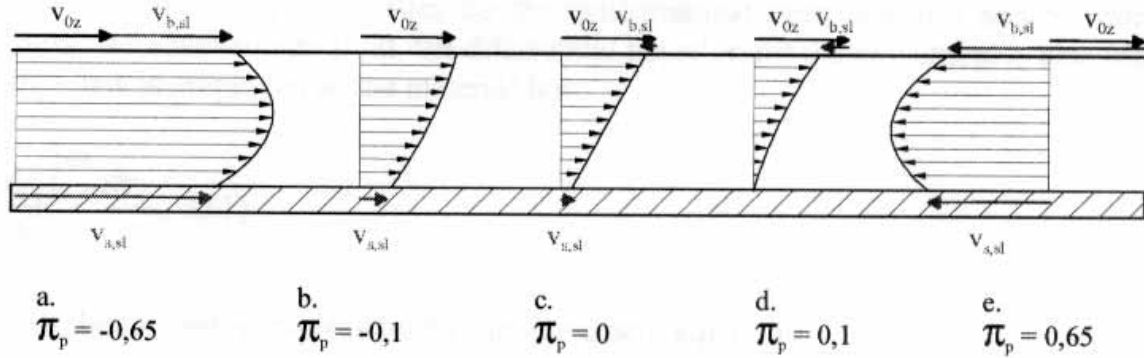


Figure III.40 : Profil de vitesse pour $\tau_c^* = 0.5$ pour différents gradients de pression

I.4. Conclusion

Les études bibliographiques qui portent sur la modélisation de l'extrusion sont nombreuses et sont consacrées en majorité aux matériaux thermoplastiques. La modélisation de l'extrusion des caoutchoucs, en raison de la complexité des phénomènes qui se produisent, a été beaucoup moins étudiée. Cette étude bibliographique a montré que le problème de la simulation de l'extrusion des élastomères a fait l'objet de peu d'études.

Cependant, nous avons pu voir les différentes manières d'intégrer le comportement rhéologique des élastomères dans une simulation : fluide à seuil, loi puissance ou encore modèle de Cross ou Papanastasiou. Nous avons pu voir également les différentes manières de résoudre le problème, par des méthodes analytiques ou par des méthodes d'éléments ou de différences finis.

L'intérêt d'intégrer dans la simulation de l'extrusion du caoutchouc un glissement à la paroi est clairement apparu. Il reste à définir sous quelle forme plus ou moins complexe, de manière à se rapprocher le plus possible de la réalité.

II. Approche théorique

II.1. Introduction

Au cours de cette partie, nous allons développer différents aspects et résultats. Plutôt que de faire un chapitre "simulation" puis un chapitre "confrontation des résultats", nous avons préféré regrouper ces deux thèmes et présenter nos conclusions dans un ordre plus chronologique. En effet, ce sont les confrontations successives qui nous ont permis de faire évoluer et de modifier nos modèles. Ainsi, nous allons voir comment nous sommes passés d'un modèle 1D, à un modèle 2D, tout d'abord simple et que nous avons fait évoluer, avant d'aboutir à des modèles tri dimensionnels dans des géométries déroulées puis réelles.

II.2. Limitations du modèle à une dimension

Nous utilisons ici le logiciel 1D Cemextrud développé et validé pour l'extrusion de polymères thermoplastiques [1] [87]. Nous l'avons toutefois légèrement modifié : en effet, tous les logiciels commerciaux effectuent le calcul dans le sens de la matière, de la trémie vers la filière. Notre approche partira de la filière, en remontant le chenal de vis, vers la trémie d'alimentation. De plus, comme le caoutchouc ne subit pas de changement de phase pendant l'extrusion, l'état de la matière dans une extrudeuse peut être assimilé à celui d'un polymère dans la zone de pompage où il est complètement fondu. Lors de la simulation, seule cette zone sera donc prise en compte.

II.2.1.1. Le Modèle 1D

II.2.1.1.1. Mécanique

L'hypothèse d'une profondeur du chenal de la vis faible devant sa largeur, nous permet de négliger les effets de bord et de choisir comme champ de vitesse à une abscisse z fixée, c'est-à-dire pour une tranche perpendiculaire à la direction du chenal :

$$\begin{cases} u = u(y) \\ v = 0 \\ w = w(y) \end{cases} \quad \text{Equation III. 39}$$

En supposant un comportement pseudo-plastique et en négligeant les termes de gravité et d'inertie devant le terme de viscosité, ce qui est très largement vérifié dans le cas des élastomères, l'équation d'équilibre s'écrit :

$$\begin{cases} -\frac{\partial p}{\partial x} + K \frac{d}{dy} \left[\left[\left(\frac{du}{dy} \right)^2 + \left(\frac{dw}{dy} \right)^2 \right]^{\frac{m-1}{2}} \frac{du}{dy} \right] = 0 \\ -\frac{\partial p}{\partial y} = 0 \\ -\frac{\partial p}{\partial z} + K \frac{d}{dy} \left[\left[\left(\frac{du}{dy} \right)^2 + \left(\frac{dw}{dy} \right)^2 \right]^{\frac{m-1}{2}} \frac{dw}{dy} \right] = 0 \end{cases} \quad \text{Equation III.40}$$

Pour simplifier, Bennani [6], suppose que le taux de cisaillement généralisé reste proportionnel au cisaillement dans la direction z avec un coefficient α' constant :

$$\dot{\gamma} = \alpha' \left| \frac{dw}{dy} \right| \quad \text{et} \quad \alpha' = \sqrt{1 + \left(\frac{5}{3} \tan \theta \right)^2} \quad \text{Equation III.41}$$

Les Equations III.40 deviennent donc :

$$\begin{cases} \frac{\partial p}{\partial x} = K' \frac{d}{dy} \left[\left| \frac{dw}{dy} \right|^{m-1} \frac{du}{dy} \right] \\ \frac{\partial p}{\partial z} = K' \frac{d}{dy} \left[\left| \frac{dw}{dy} \right|^{m-1} \frac{dw}{dy} \right] \end{cases} \quad \text{Equation III.42}$$

avec $K' = K / \alpha'^{m-1}$

Comme u et w ne sont fonction que de y , l'évolution de la pression suivant z est découplée de celle suivant x . Nous obtenons, en introduisant la valeur h^* telle que $\frac{dw}{dy}(h^*) = 0$.

$$\left| \frac{dw}{dy} \right|^{m-1} \frac{dw}{dy} = \frac{1}{K'} \frac{\partial p}{\partial z} (y - h^*) \quad \text{Equation III.43}$$

Bennani [6] résout cette équation suivant le signe de dP/dz , avec les conditions limites suivantes : pas de glissement au niveau de la vis, ni au niveau du fourreau, soit $w(0)=0$ et $w(h) = V_z$.

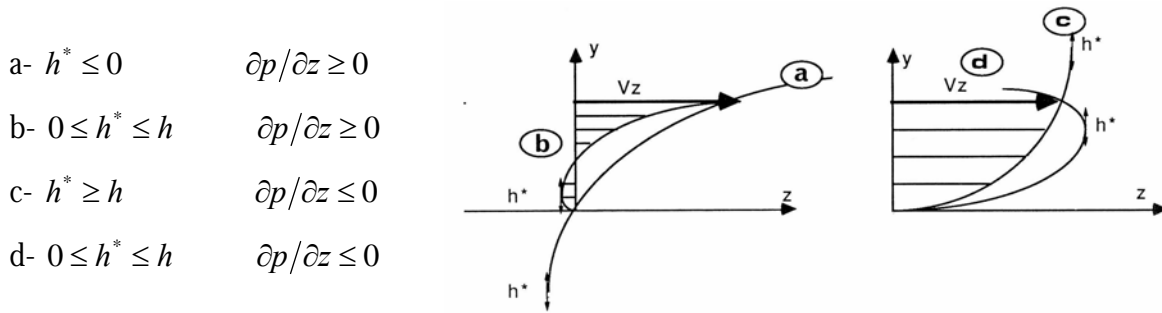


Figure III.41 : Différents cas possibles de perte de charge

Pour chaque cas il est possible d'intégrer l'équation précédente. Cependant nous pouvons écrire d'une manière globale le champ de vitesse sous la forme suivante :

$$w(y) = V_z \frac{\left| y - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}}}{\left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}}} \quad \text{Equation III.44}$$

La connaissance du débit volumique Q_v dans la vis nous permet de déterminer la valeur de h^* . en effet :

$$Q_v = W \int_0^h w(y) dy \quad \text{Equation III.45}$$

avec W la largeur du chenal de la vis. Nous écrivons :

$$\left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} \left[\frac{m}{2m+1} h^* + \frac{Q_v}{WV_z} - h \right] + \left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} \left[\frac{m}{2m+1} (h - h^*) - \frac{Q_v}{WV_z} \right] = 0 \quad \text{Equation III.46}$$

La résolution de cette équation nous donne accès à la valeur de h^* .

Le profil de vitesse étant déterminé, il nous est alors possible de remonter au gradient de pression dans chaque tranche. Il s'écrit ainsi :

$$\frac{\partial p}{\partial z} = K' \left[V_z \frac{m+1}{m} \frac{1}{\left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}}} \right]^m \frac{\left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}}}{\left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}}} \quad \text{Equation III.47}$$

II.2.1.1.2. Thermique

Comme pour le modèle mécanique, le calcul thermique est fait par tranche, supposée chacune à une température homogène \bar{T} . L'évolution de \bar{T} le long du chenal déroulé est calculée, chaque tranche étant soumise à un échauffement par dissipation visqueuse et à un échange de chaleur avec les parois du fourreau.

$$\underbrace{\rho c \bar{V} \cdot \frac{d\bar{T}}{dz} \cdot W \cdot H \cdot dz}_{\text{Variation d'énergie Interne}} = \underbrace{-h_T \cdot \frac{\bar{T} - T_p}{H} \cdot W \cdot dz}_{\text{Chaleur échangée par conduction}} + \underbrace{W \cdot dz \dot{\bar{W}}}_{\text{Chaleur dissipée par cisaillement}} \quad \text{Equation III.48}$$

La chaleur dissipée par cisaillement fait intervenir la puissance moyenne dissipée, $\dot{\bar{W}}$, dans chaque tranche de l'écoulement. Les résultats précédents nous permettant d'évaluer cette grandeur :

$$\dot{W}(y) = K \cdot \dot{\gamma}^{m+1} \quad \text{et} \quad \dot{\bar{W}} = \frac{1}{h} \int_0^h \dot{W}(y) dy \quad \text{Equation III.49}$$

$$\text{et} \quad \dot{\bar{W}} = \alpha'^2 K' \left| \frac{1}{K'} \frac{\partial p}{\partial z} \right|^{\frac{m+1}{m}} \frac{m}{2m+1} \frac{\left| h - h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} (h - h^*) - \left| h^* \right|^{\frac{m+1}{m}} h^*}{h} \quad \text{Equation III.50}$$

La chaleur échangée par conduction fait intervenir le coefficient d'échange thermique, h_T . Pour évaluer ce terme nous pouvons utiliser un nombre sans dimension : le nombre de Nusselt, qui représente approximativement le rapport entre la chaleur transférée réellement et celle qui le serait par conduction pure.

$$Nu = \frac{h_T L}{k} \quad \text{Equation III.51}$$

avec L la dimension caractéristique de l'objet (typiquement la profondeur du chenal H) et k la conductivité thermique du matériau.

Pour résoudre l'équation de la chaleur dans une tranche, nous supposons que :

$$\frac{d\bar{T}}{dz} = \frac{\Delta \bar{T}}{\Delta z} = \frac{\bar{T}(i) - \bar{T}(i-1)}{\Delta z} \quad \text{Equation III.52}$$

avec $\bar{T}(i)$ la température de la tranche i.

La résolution de l'équation de la chaleur ainsi formulée conduit à l'expression suivante :

$$\bar{T}_{i-1} = \bar{T}_i - \frac{h_T}{\rho c \bar{V}} \frac{\Delta z}{H} (T_p - \bar{T}_i) - \frac{\dot{\bar{W}}}{\rho c \bar{V}} \Delta z \quad \text{Equation III.53}$$

II.2.1.2. Prise en compte du remplissage partiel de la vis

C'est sur ce point précis que toute l'originalité de notre approche prend source. En effet, en raison du mode d'alimentation, le caoutchouc peut ne pas remplir totalement la vis de l'extrudeuse, comme il l'a d'ailleurs été montré lors d'expériences préliminaires.

Le remplissage est conditionné par le débit imposé par la zone d'alimentation et la pression en tête de vis nécessaire pour faire passer ce débit à travers la filière.

Le calcul partant de la filière, la pression va décroître jusqu'à atteindre la pression atmosphérique. On sait ainsi que la vis, à partir de ce point, n'est plus remplie. La largeur occupée par le caoutchouc peut alors se calculer. En découlent les nouveaux profils de vitesse en cisaillement simple.

Le modèle prend en compte la température d'entrée du caoutchouc dans l'extrudeuse (25°C) et est itératif. La température au niveau de la filière est recalculée par dichotomie dans le but d'obtenir une température au niveau de la trémie comprise entre 24 et 26°C.

II.2.1.3. Résultats et validation

Nous avons dans un premier temps simulé l'écoulement dans une vis d'extrudeuse dont nous disposons et dans laquelle nous extruderons le mélange A ($m=0.1$ et $K=150000$). La vis mesure 230 mm de long, pour un diamètre de 19 mm. Ses caractéristiques se trouvent sur la Figure III.42. Elle possède un profil très simple et identique sur toute sa longueur. Elle n'a qu'une fonction de convoyage.

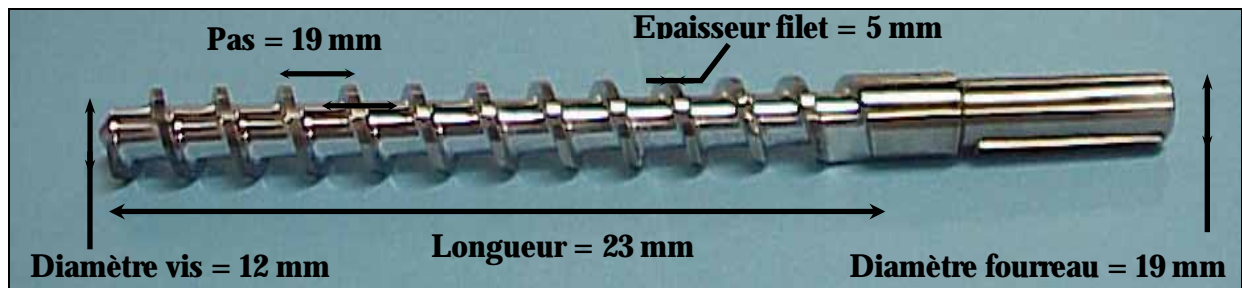


Figure III.42 : Géométrie de la vis

Afin de mettre à l'épreuve le calcul, nous allons faire varier trois paramètres importants du procédé : la vitesse de rotation de la vis, le débit d'alimentation de l'extrudeuse, et le nombre de Nusselt. Les trois paragraphes qui suivent présentent ces résultats.

II.2.1.3.1. Variation de la vitesse de rotation de la vis

Nous avons fait varier la vitesse de rotation de la vis entre 15 et 120 tr/min en conservant le débit constant (0.1 kg/h) (Figure III.43). La température de régulation est de 60°C.

Le profil de la vis étant constant, il semble tout à fait normal d'obtenir des profils de pression linéaires. Pour une vitesse faible, nous obtenons un meilleur remplissage de la vis et donc une diminution du gradient de pression.

Nous pouvons voir un point d'inflexion sur les courbes de température. Ce dernier se localise au début du remplissage de la vis, lorsque la pression commence à augmenter. Lorsque le chenal est rempli, la variation de température est due aux effets à la fois dissipatifs et conductifs. En revanche, lorsque le chenal de vis n'est pas totalement rempli, le terme dissipatif perd de l'importance.

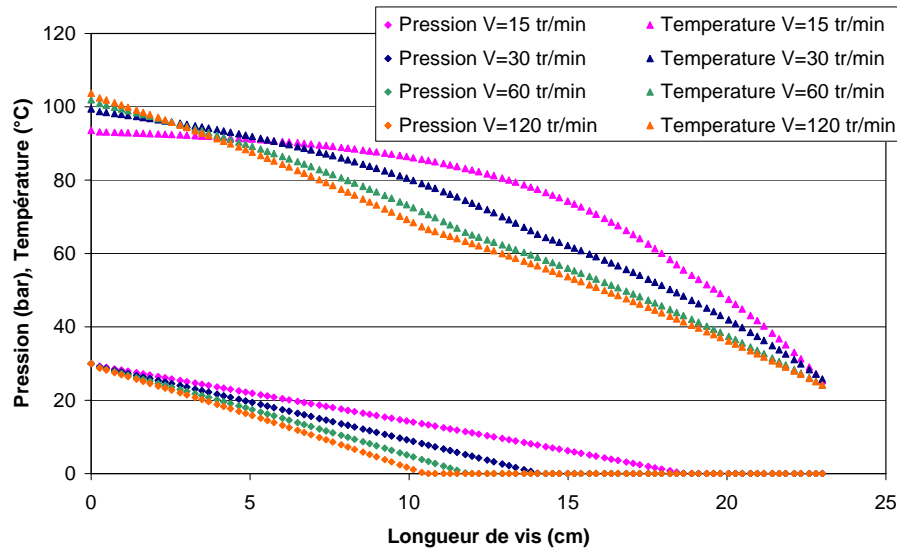


Figure III.43 : Evolution de la pression et de la température le long de la vis à partir de la filière, pour des valeurs variables de la vitesse de rotation de la vis, $Q=0.1$ kg/h, $Nu=2$

Plus la vitesse de rotation est élevée, plus le profil de température est rectiligne. En effet, le terme de régulation va prendre de l'importance avec le ralentissement de la vis. En fait, la puissance dissipée, dépendant elle-même du gradient de pression qui diminue avec la vitesse de rotation, va suivre la même évolution que la vitesse. Enfin, à faible vitesse, la régulation a plus le temps d'agir, comme nous l'évoquions dans le chapitre précédent.

Les tendances trouvées sur la Figure III.43 pour la variation de la vitesse de rotation de la vis semblent parfaitement justifiées.

II.2.1.3.2. Variation du débit d'alimentation de l'extrudeuse

Nous avons fait varier le débit d'alimentation de la vis entre 0.01 et 0.5 Kg/h en conservant la vitesse de la vis constante à 30 tr/min (Figure III.44).

Tout d'abord, nous pouvons remarquer que la variation du débit n'a pas d'influence majeure sur le profil de température. Nous noterons cependant comme précédemment des points d'inflexions reflétant les niveaux de remplissage. Par contre, le débit a une grande influence sur le gradient de pression et donc sur le remplissage de la vis. En effet, une augmentation du débit provoque une augmentation de la longueur remplie, jusqu'au remplissage total de la vis, et donc une diminution du gradient de pression, qui peut dans des cas extrêmes changer de signe (ce qui n'a alors plus aucun sens expérimentalement parlant).

Lors de l'extrusion, le débit se conserve sur toute la longueur de la vis. Le débit global résulte d'un débit de cisaillement et d'un débit de refoulement de Poiseuille.

$$Q = W \frac{V_{1Z}}{2} H_p - \frac{WH_p^3}{12\eta} \frac{\Delta P}{Z_p} \quad \text{Equation III.54}$$

A vitesse constante, la contribution du débit de cisaillement ne change pas. En revanche, celle du débit de refoulement de Poiseuille va diminuer avec l'augmentation du débit, avec pour conséquence la diminution du gradient de pression.

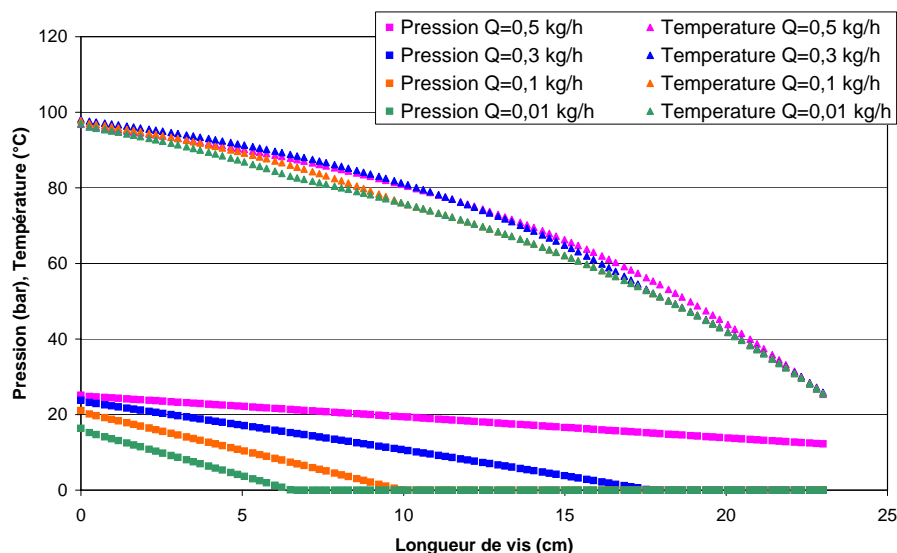


Figure III.44 : Evolution de la pression et de la température le long de la vis à partir de la filière, pour des valeurs variables de débit d'alimentation de l'extrudeuse, $V=30\text{tr/min}$, $Nu=2$

II.2.1.3.3. Variation du nombre de Nusselt

Nous avons fait varier le nombre de Nusselt en conservant vitesse de rotation et débit constant. La température de régulation est toujours conservée à 60°C . Nous choisissons des valeurs comprises entre $Nu=0$, c'est à dire où la chaleur est apportée par la seule dissipation visqueuse, et $Nu=5$ qui est la valeur maximale où nous pouvons aller, pour que le calcul thermique puisse converger sur la température d'entrée. Ainsi, nous augmentons progressivement l'effet conductif.

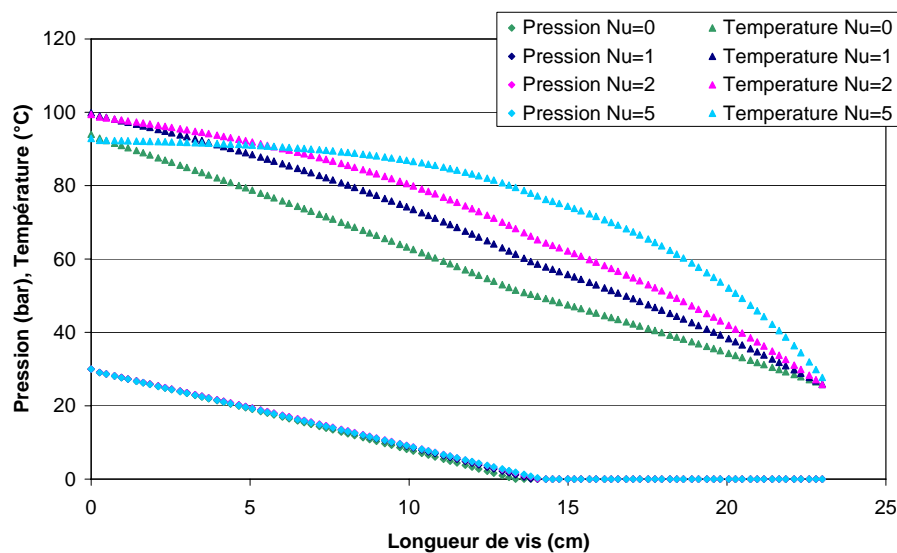


Figure III.45 : Evolution de la pression et de la température le long de la vis à partir de la filière, pour des valeurs variables du nombre de Nusselt, $V=30\text{tr/min}$, $Q=0.1\text{ kg/h}$

Tout d'abord, nous pouvons remarquer que la variation du nombre de Nusselt n'a pas d'influence sur le profil de pression. Cela permet de mettre en évidence la très faible thermodépendance de notre matériau. En effet, pour des différences pouvant aller jusqu'à 30°C les gradients de pression sont à peine affectés.

Comme précédemment nous remarquons que le niveau de remplissage influe sur les profils de température. Lorsque le chenal est entièrement rempli l'effet dissipatif est plus important. Cela est très net pour le cas adiabatique où seul le cisaillement chauffe la matière. Il y a un point d'inflexion, la pente de la courbe de température est plus importante dès que la pression s'élève. De plus il s'ajoute l'effet de la régulation qui s'accroît avec l'augmentation du nombre de Nusselt. Le système est régulé à 60°C, en dessous de cette température la matière tend à chauffer rapidement, en revanche lorsque cette température de régulation est dépassée, des calories sont retirées au système afin de stabiliser la température matière.

II.2.1.4. Comparaison à l'expérience

Sur ces cas tests, nous venons de faire varier certains paramètres représentatifs du procédé d'extrusion. Nous avons pu montrer que le logiciel semblait bien réagir. Nous allons, dans ce paragraphe, confronter les résultats théoriques et expérimentaux sur l'extrudeuse de laboratoire, correctement équipée en capteur.

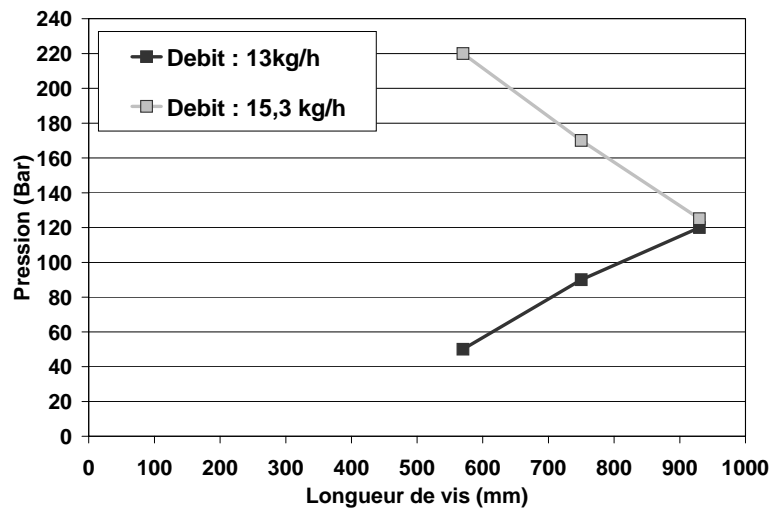


Figure III.46 : Résultats expérimentaux de la vis 1 à 30 tr/min

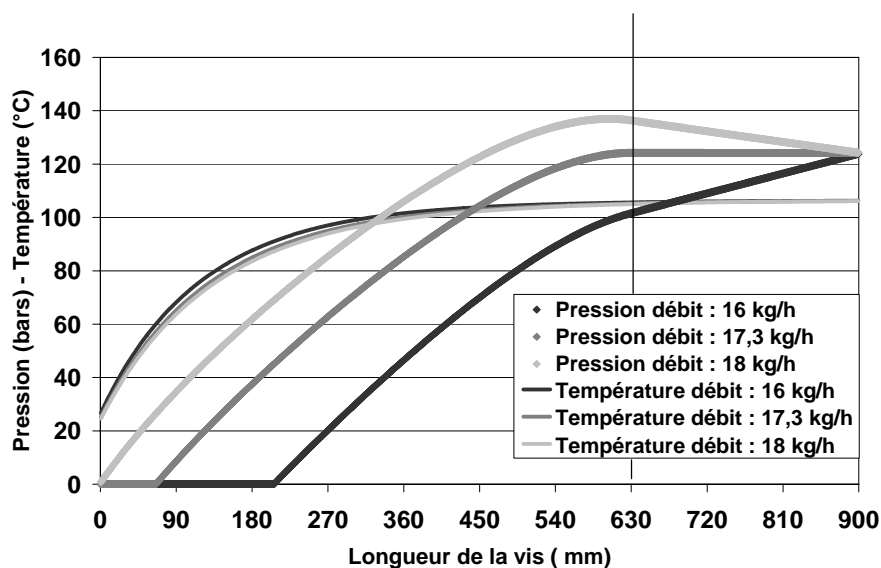


Figure III.47 : Résultats théoriques de la vis 1 à 30 tr/min, Nu=10

La Figure III.46 montre les résultats expérimentaux de la vis 1 à 30 tr/min pour deux vitesses de galet bourreur. La variation de vitesse de ce dernier permet de faire varier le débit. Nous avons une inversion du gradient de pression pour une augmentation du débit. A 13Kg/h le gradient est positif tandis qu'à 15.3Kg/h il est négatif.

La Figure III.47 présente les résultats de la simulation dans les mêmes conditions. Nous voyons clairement que nous avons un gradient de pression nul pour une valeur de débit de 17.3 Kg/h. Il est alors net que nous ne pouvons modéliser notre procédé ainsi, puisque nous ne pouvons déjà pas représenter qualitativement le comportement dans l'extrudeuse.

Nous considérons un chenal de largeur infinie, ou tout au moins très grande devant l'épaisseur. Or, cette condition n'est pas totalement remplie. Il faudrait donc corriger les débits de contre-pression et de cisaillement par des facteurs de forme F_d et F_p , comme nous l'avons vu dans la partie bibliographique, ce qui pourrait améliorer les résultats précédents.

II.2.2. Les facteurs de forme

Pour un comportement non-newtonien, il n'est théoriquement plus possible de découpler écoulement longitudinal et écoulement transversal, ni de superposer débit de cisaillement et débit de contre pression, comme le montre la Figure III.48. Cette notion de facteur de forme est donc a priori inutilisable pour l'extrusion.

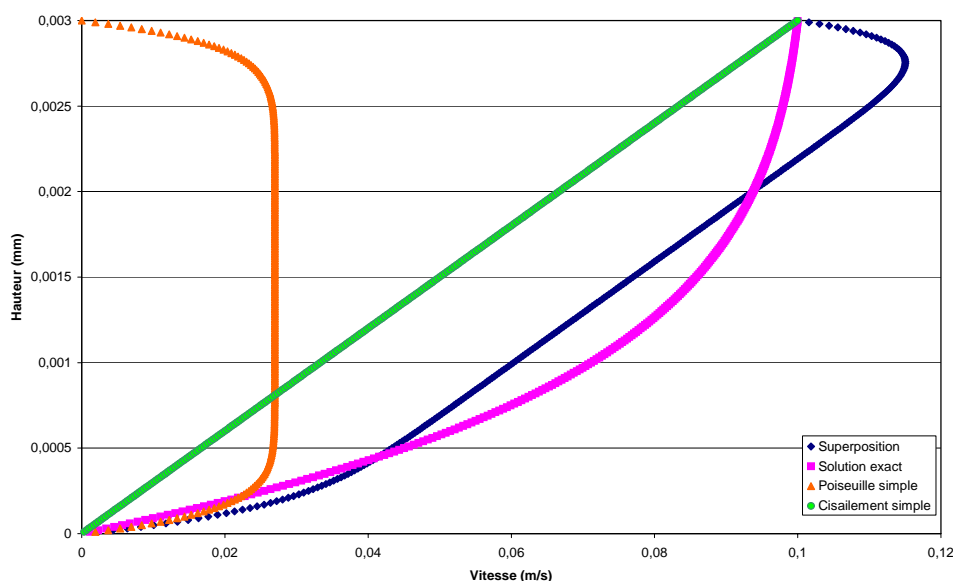


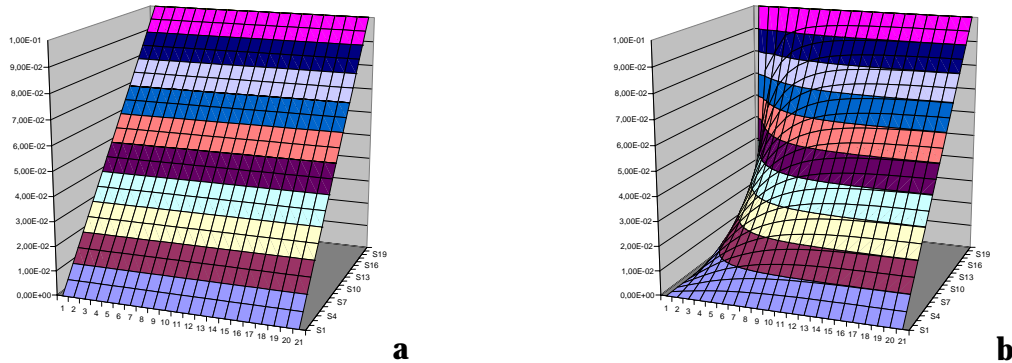
Figure III.48 : Superposition des écoulements de Poiseuille et de cisaillement pour un fluide non newtonien

Cependant, nous avons dans un premier temps calculé ces facteurs de forme séparément, pour les écoulements de Poiseuille et de cisaillement, puis nous avons tenté de les inclure dans le modèle à une dimension.

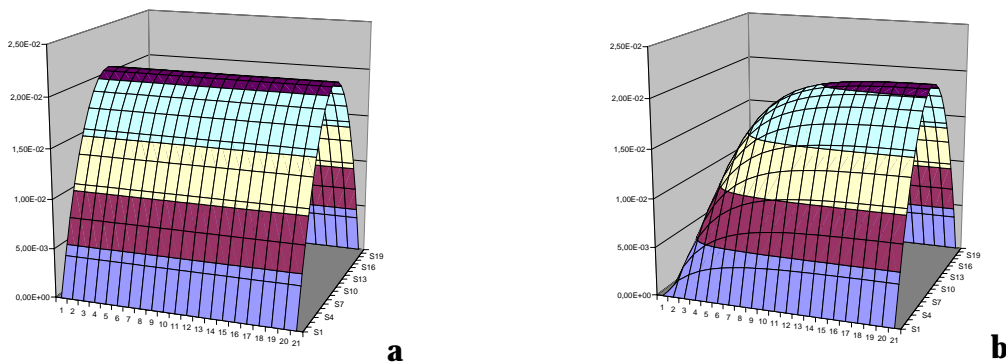
II.2.2.1. Calcul des facteurs de forme

Le calcul est effectué grâce à un code éléments finis, que nous décrirons avec plus de détail ultérieurement. Il nous permet de calculer des écoulements de Poiseuille et de cisaillement simple entre plaques parallèles. En jouant avec les conditions aux limites, nous avons accès soit à un calcul 1D où la largeur est considérée comme infinie, soit à un calcul 2D qui prend en compte la présence des bords pour chacun des deux écoulements simples.

Pour un calcul newtonien en cisaillement simple (Figure III.49) et en Poiseuille simple (Figure III.50), nous visualisons cette prise en compte des bords. Le calcul n'est effectué que sur une moitié de chenal. Il est net que le profil de vitesse situé sur l'axe de symétrie est identique pour les calculs 1D ou 2D des deux écoulements. En revanche, il est bien différent sur le bord puisque nous imposons un contact collant (vitesse nulle). Le champ de vitesse globale est clairement affecté.



**Figure III.49 : Ecoulement de cisaillement simple, $m=1$
a-calcul 1D, b-calcul 2D, $m=1$**



**Figure III.50 : Ecoulement de Poiseuille simple, $m=1$,
a-calcul 1D, b-calcul 2D**

Nous pouvons noter l'importance du coefficient de pseudo-plasticité sur chacun des écoulements. Plus ce dernier est faible, plus les écoulements sont affectés, qu'il s'agisse d'un Poiseuille ou d'un cisaillement simple (Figure III.51 et Figure III.52).

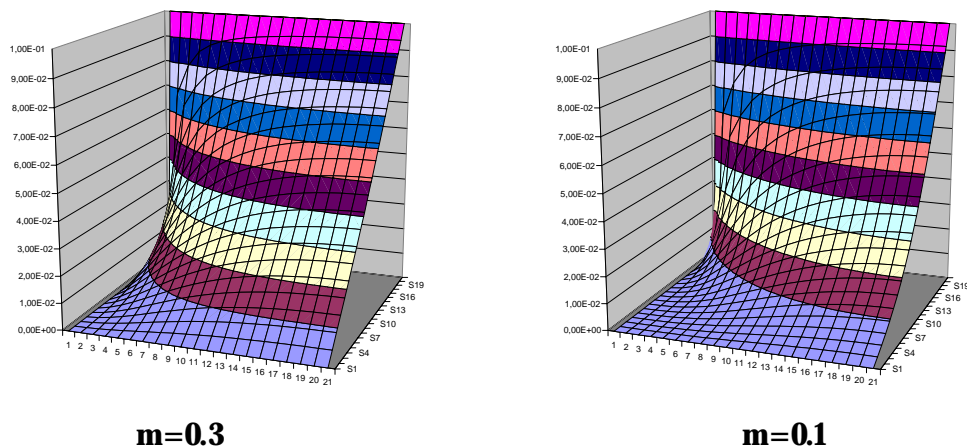
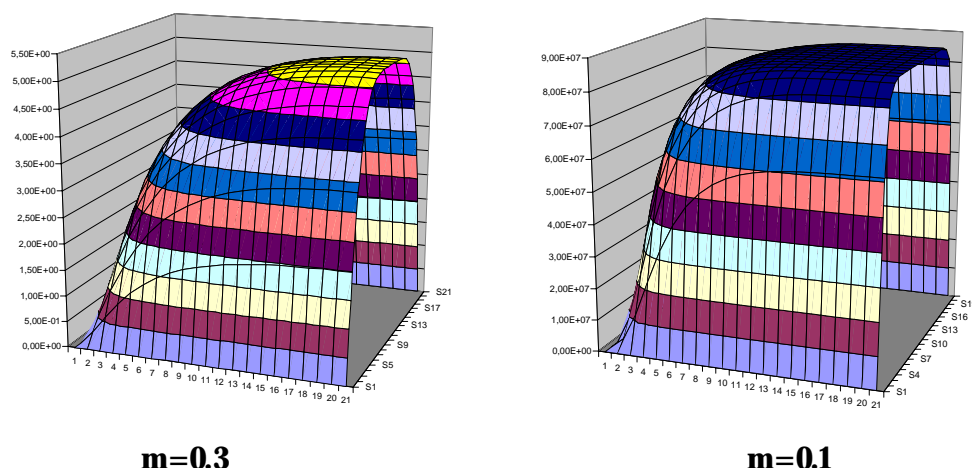


Figure III.51 : Importance du coefficient de pseudo plasticité sur un écoulement de cisaillement simple



m=0.3

m=0.1

Figure III.52 : Importance du coefficient de pseudo-plasticité sur un écoulement de Poiseuille simple

Le rapport des débits obtenus, pour chacun des écoulements simples, entre le calcul 1D et 2D, nous permet d'obtenir les facteurs de forme. Nous faisons varier les géométries, c'est-à-dire les rapports entre épaisseur et largeur (H/W), mais aussi les coefficients de pseudo-plasticité. Nous obtenons ainsi les résultats des Figure III.53 et Figure III.54.

Pour une largeur infinie, soit un rapport H/W proche de 0, nous avons des facteurs de forme proches de 1, ce qui est en accord avec les approximations faites. Plus m est faible plus le facteur de forme sera important. Ainsi, dans un chenal de section carrée ($H/W=1$), pour $m=0.1$, nous pouvons atteindre des valeurs extrêmes.

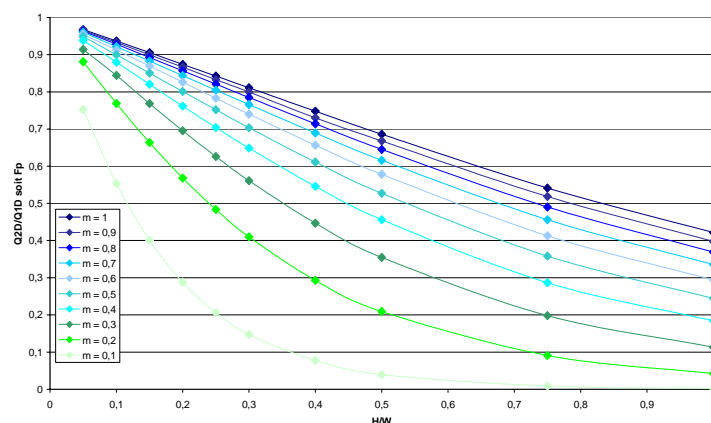


Figure III.53 : Facteur de forme pour un écoulement de Poiseuille simple

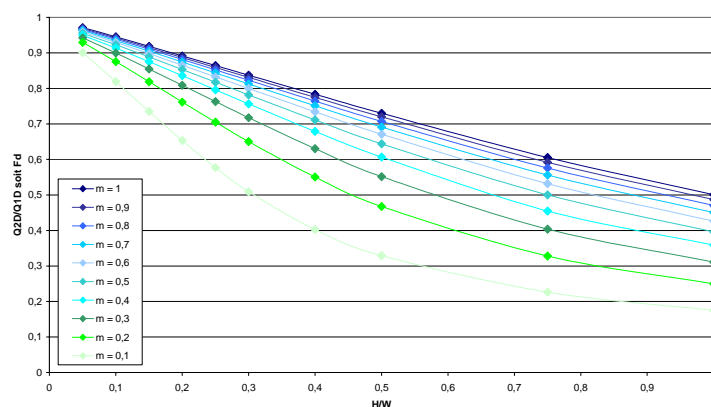


Figure III.54 : Facteur de forme pour un écoulement de cisaillement simple

II.2.2.2. Comparaison avec la littérature

Après comparaison avec les résultats que nous avons présentés dans l'étude bibliographique, nous pouvons dire que nos résultats sont en accord avec ce qui est communément observé. La Figure III.55 et la Figure III.56 comparent par exemple nos résultats avec ceux de Schenkel [67] et Mourniac et al. [80] pour un écoulement de Poiseuille simple.

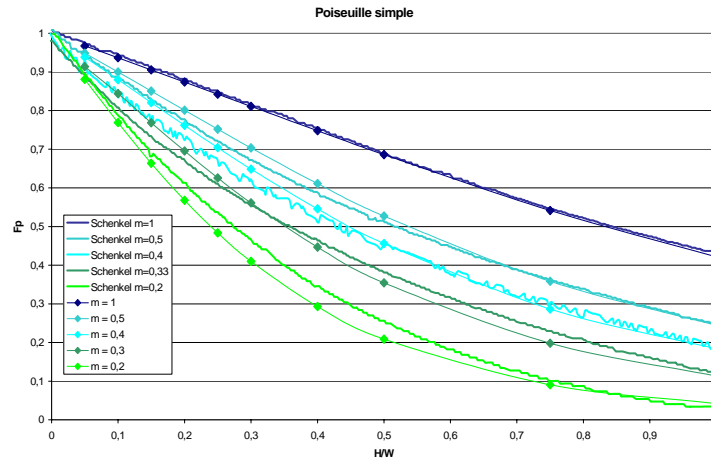


Figure III.55 : Comparaison avec les résultats de Schenkel [67]

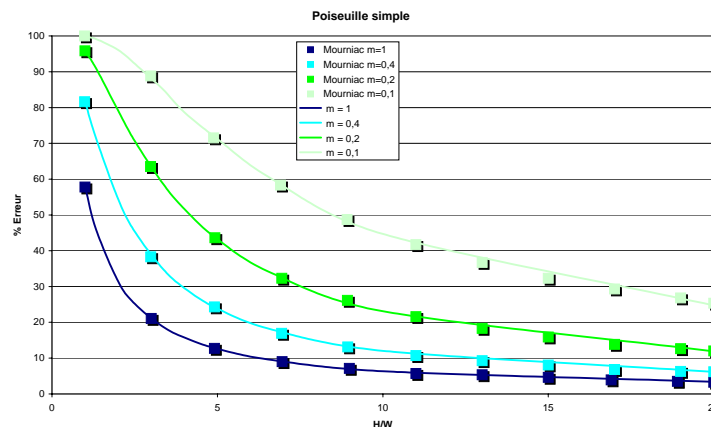


Figure III.56 : Comparaison avec les résultats de Mourniac et al. [80]

II.2.2.3. Modèle 1D corrigé grâce aux facteurs de forme

La Figure III.53 et la Figure III.54 montrent que les facteurs ne sont pas identiques pour les deux écoulements. Il n'est donc pas possible d'utiliser un facteur global, qui nous aurait permis d'ajuster le débit.

Donc, si nous voulons quand même utiliser les facteurs de forme, nous allons être obligés de faire une approximation très forte : supposer que pour des cas non newtoniens, le débit est la somme d'un débit de cisaillement et d'un débit de Poiseuille. Cette hypothèse est bien sûr incorrecte comme nous l'avons vu précédemment. Le but ici est de regarder s'il n'est pas toutefois possible d'obtenir de meilleurs résultats en multipliant chacun des débits par son facteur de forme correspondant.

De façon à valider cette hypothèse, nous comparons un calcul 2D avec le calcul 1D auquel nous avons rajouté les facteurs de forme, pour la géométrie de la zone de pompage de la vis 1. Nous effectuons ces comparaisons pour différentes valeurs de pression et de vitesse, mais aussi

pour différentes valeurs du coefficient de pseudoplasticité m , (Figure III.57 et Figure III.58). Pour le cas newtonien, nous retrouvons bien les mêmes valeurs, ce qui prouve bien que les hypothèses faites sont valables dans ce cas précis. Nous voyons clairement sur les figures que plus le coefficient de pseudo-plasticité diminue, plus la différence est importante. Pour les valeurs de m qui nous intéressent, une telle hypothèse n'est donc pas valable.

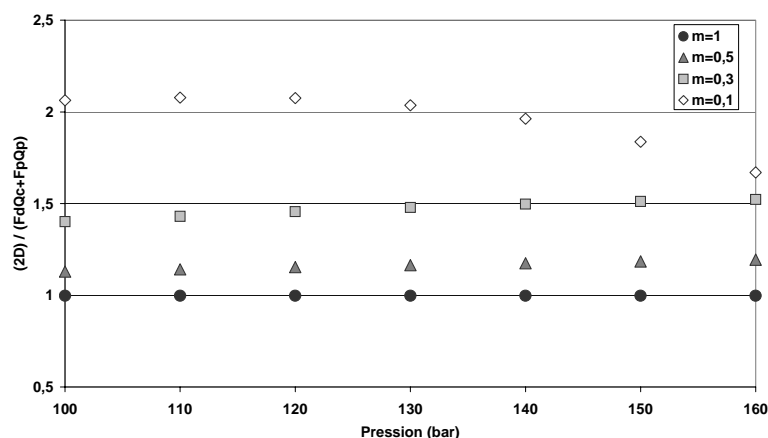


Figure III.57 : Comparaison du calcul 2D et 1D avec les facteurs de forme pour différentes valeurs de pression, vitesse : 0.05 m/s

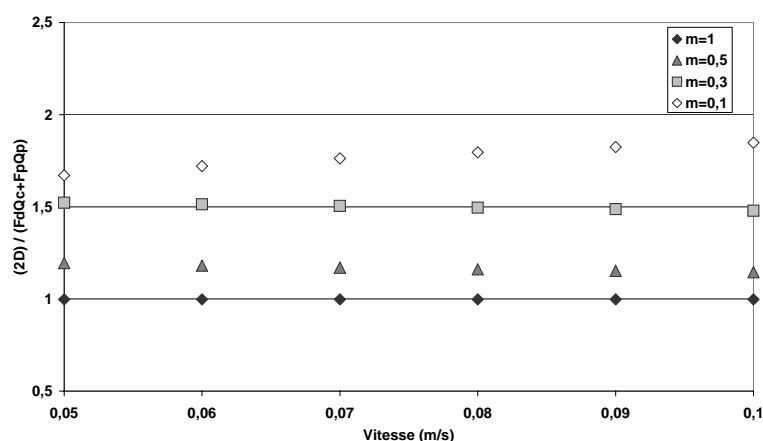


Figure III.58 : Comparaison du calcul 2D et 1D avec les facteurs de forme pour différentes valeurs de vitesse, pression : 160 bar

II.2.3. Conclusion

Nous avons essayé d'utiliser un modèle simple à une dimension. Après validation du comportement global du code, nous avons effectué des comparaisons à l'expérience. Celles-ci ne se sont pas avérées satisfaisantes. En effet, nous sommes dans l'incapacité de pouvoir prévoir, même qualitativement, les évolutions de pression. En effet le débit de cisaillement maximum ne correspond pas entre simulation et expérience. Nous avons ainsi mis en évidence l'importance non négligeable des facteurs de forme, à cause d'un indice de pseudo-plasticité très petit. Nous avons calculé ces derniers et tenté de les incorporer aux calculs mono dimensionnels, mais sans succès. En effet, nous sommes obligés pour ce faire d'émettre des hypothèses qui sont trop fortes, et le calcul ne donne toujours pas satisfaction. Ainsi, même avec une correction des facteurs de forme, le modèle 1D ne donne pas satisfaction. Il est donc nécessaire de se tourner vers un modèle à deux dimensions, qui est l'objet des paragraphes suivants.

II.3. Modèle à deux dimensions

II.3.1. Introduction : Présentation du modèle 2D, problème de Stokes

II.3.1.1. Position du problème mécanique

L'expression mécanique du problème de Stokes est maintenant très classique. Nous nous contenterons ici de présenter les grandes lignes et les équations de base. Le lecteur intéressé pourra se reporter aux nombreux ouvrages traitant de la résolution du problème de Stokes [25], [72], [83].

Notre mélange d'élastomère est assimilable à un milieu continu, aussi son écoulement dans une cavité, plus précisément un chenal de vis, est régi par les principes fondamentaux de la mécanique des milieux continus [1], [79].

La matière extrudée doit donc vérifier :

- la conservation de la masse,
- la conservation de la quantité de mouvement,
- la conservation d'énergie.

Bien que les effets thermiques puissent influencer notablement le procédé d'extrusion, notre étude ne traitera pas, dans un premier temps, de ce point là. Un couplage thermo-mécanique sera effectué ultérieurement.

Les deux premiers principes se traduisent respectivement, par :

l'équation de continuité :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{v}) = 0 \quad \text{Equation III.55}$$

l'équation d'équilibre dynamique :

$$\rho \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} - \text{div} \sigma = \rho \vec{f} \quad \text{Equation III.56}$$

où ρ désigne la masse volumique, \vec{v} la vitesse d'une particule matérielle, σ le tenseur des contraintes et \vec{f} la densité massique des forces extérieures.

Le système composé de l'équation de continuité et d'équilibre dynamique est fermé par la relation constitutive entre contraintes et déformations, donnée par la loi de comportement :

$$\sigma = s - pI \quad \text{Equation III.57}$$

Avec dans le cas de fluides pseudo-plastiques :

$$s = 2\eta(|\dot{\epsilon}(\vec{v})|)\dot{\epsilon}(\vec{v}) \quad \text{Equation III.58}$$

où η représente la viscosité du fluide, $\dot{\epsilon}(\vec{v})$ le tenseur des vitesses de déformation :

$$\dot{\epsilon}(\vec{v}) = \frac{1}{2}(\nabla \vec{v} + {}^T \nabla \vec{v}) \quad \text{Equation III.59}$$

et $|\dot{\epsilon}(\vec{v})|$ est le taux de cisaillement généralisé :

$$|\dot{\varepsilon}(\vec{v})| = \sqrt{2 \sum_{i,j=1}^3 \dot{\varepsilon}_{ij}^2(\vec{v})} \quad \text{Equation III.60}$$

Dans le cadre de la mise en forme des fluides visqueux, il est classique de faire les hypothèses suivantes :

- le mélange d'élastomère peut être considéré comme un matériau incompressible,
- les forces extérieures (forces de masse et d'inertie) sont négligeables devant les forces intérieures (forces visqueuses).

II.3.1.2. Le formalisme mathématique

Si l'on s'en tient aux hypothèses décrites plus haut, les équations de conservation de la masse et d'équilibre se réécrivent :

$$\text{div}(\vec{v}) = 0 \quad \text{Equation III.61}$$

$$\text{div}(\sigma) = 0 \quad \text{Equation III.62}$$

Notons Ω le domaine matériel contenant le caoutchouc. Si l'on remplace σ par son expression, on montre que le problème d'écoulement à résoudre se ramène à un problème de Stokes généralisé :

$$\begin{cases} \text{div}(2\eta \cdot \dot{\varepsilon}(\vec{v})) - \nabla p = 0 \\ \text{div}(\vec{v}) = 0 \end{cases} \text{ sur } \Omega \quad \text{Equation III.63}$$

$$\begin{aligned} \text{avec comme conditions aux limites :} \quad & \vec{v} = \vec{v}^d \text{ sur } \Omega_v \\ & \vec{v} = \vec{0} \text{ sur } \Omega_o \end{aligned} \quad \text{Equation III.64}$$

II.3.1.3. Résolution du problème de Stokes

En préambule de ce paragraphe, il est important de noter que n'y seront exposées que des méthodes éléments finis pour la résolution du problème de Stokes, et ce pour plusieurs raisons. Tout d'abord, ces méthodes fédèrent aujourd'hui une large majorité des scientifiques impliqués dans le domaine. De plus, elles offrent des facilités d'utilisation par rapport aux techniques de différences finies ou de volumes finis, même si ces dernières, proches de la physique, sont longtemps restées (et restent parfois encore) très populaires.

II.3.2. Ecoulement longitudinal

II.3.2.1. Le modèle

Nous allons calculer l'écoulement (de Poiseuille et de cisaillement) dans un chenal rectangulaire qui représente le chenal déroulé d'une vis d'extrudeuse. Les équations aux dérivées partielles sont résolues par une méthode d'éléments finis. Nous rappelons ici les équations du problème et présentons les développements du calcul.

Le problème à résoudre est le problème de l'écoulement confiné entre plaques parallèles infinies dans la direction de la longueur de l'écoulement, mais de rapport de forme petit ne

permettant pas de négliger les effets de bord. La Figure III.59 présente la géométrie de l'écoulement et les conditions aux limites.



Figure III.59 : Géométrie de la modélisation de l'écoulement longitudinal

II.3.2.1.1. Le problème fort

Le problème fort est constitué des équations issues du paragraphe II.3.1.2 et de l'hypothèse cinématique suivante :

$$\mathbf{v} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ w(x, y) \end{pmatrix} \quad \text{Equation III.65}$$

Ainsi, l'équation à résoudre est la suivante :

$$\text{div}(\eta(\dot{\bar{\mathbf{v}}})\dot{\bar{\mathbf{v}}}) = \frac{dP}{dz} = -f \text{ sur } \Omega \quad \text{Equation III.66}$$

où f est le gradient de pression.

II.3.2.1.2. La formulation faible

On écrit tout d'abord la formulation faible pour le problème purement newtonien, c'est-à-dire avec η constante. De plus, dans un premier temps, on va imposer un contact collant $\bar{\mathbf{v}} = \vec{0}$ partout. Ce n'est que lors de la résolution que nous résoudrons deux systèmes, un avec une vitesse nulle sur tous les bords ($\bar{\mathbf{v}} = \vec{0}$ sur Ω_o) et l'autre avec une vitesse imposée sur un bord $\bar{\mathbf{v}} = \bar{\mathbf{v}}^d$ sur Ω_v . On a donc $\bar{\mathbf{v}} = \vec{0}$ sur Ω_o .

$$\text{sur } \Omega \quad -\Delta U = f \quad \text{Equation III.67}$$

$$-\Delta U.V = fV \quad \text{Equation III.68}$$

$$-\int_{\Omega} \Delta U.V d\Omega = \int_{\Omega} fV d\Omega \quad \text{Equation III.69}$$

$$\int_{\Omega} \nabla U . \nabla V d\Omega - \int_{\Omega} \text{div}(V . \nabla U) d\Omega = \int_{\Omega} fV d\Omega \quad \text{Equation III.70}$$

$$\int_{\Omega} \nabla U . \nabla V d\Omega - \underbrace{\oint_{\partial\Omega} V \frac{\partial U}{\partial n} d\Omega}_0 = \int_{\Omega} fV d\Omega \quad \text{Equation III.71}$$

d'où

$$\int_{\Omega} \nabla U . \nabla V d\Omega = \int_{\Omega} fV d\Omega \quad \forall V \in H \quad \text{Equation III.72}$$

Le vrai problème étant non-linéaire, il faut le linéariser. On montre ainsi que le problème suivant :

$$\begin{cases} -\operatorname{div}(\eta(|\nabla U^*|)\nabla U^*) = f \\ U^* = U + \delta U \end{cases} \quad \text{Equation III.73}$$

est équivalent au problème linéarisé au premier ordre :

$$-\operatorname{div}\left[\eta(|\nabla U|)(\nabla U + \nabla \delta U) + \eta'(|\nabla U|)\frac{\nabla U}{|\nabla U|}\nabla \delta U + o(\nabla \delta U^2)\right] = f \quad \text{Equation III.74}$$

où $\eta'(t)$ est la dérivée simple de la fonction $\eta(t)$ par rapport à t .

On montrerait de la même manière que la formulation forte (ci-dessus) est équivalente à la formulation faible ci-dessous :

$$\iint_{\Omega} \left[\eta(|\nabla U|)(\nabla U + \nabla \delta U) \cdot \nabla V + \eta'(|\nabla U|)\left(\frac{\nabla U}{|\nabla U|} \cdot \nabla \delta U\right)(\nabla U \cdot \nabla V) \right] d\Omega = \iint_{\Omega} fV d\Omega \quad \text{Equation III.75}$$

II.3.2.1.3. Résolution des équations aux dérivées partielles

Pour discrétiser Ω , on utilise un maillage homogène eulérien à base d'éléments quadratiques à neufs nœuds (quadrangles). Les fonctions d'interpolation N_k sont donc de degré 4 sur les éléments. On discrétise la vitesse sur chaque élément par :

$$U(x, y) = \sum_{i=1}^9 U_i N_i(x, y) \text{ et } V(x, y) = \sum_{i=1}^9 V_i N_i(x, y) \quad \text{Equation III.76}$$

On résout alors sur les éléments un premier pas newtonien :

$$\underbrace{\iint_{\Omega} \nabla U \cdot \nabla V d\Omega}_{AU^{(1)}} = \underbrace{\iint_{\Omega} fV d\Omega}_B \quad \text{Equation III.77}$$

puis le système linéarisé pour $n \geq 1$:

$$\underbrace{\iint_{\Omega} \eta(|\nabla U^{(n)}|)\nabla U^{(n+1)} \cdot \nabla V + \frac{\eta'(|\nabla U^{(n)}|)}{|\nabla U^{(n)}|}(\nabla U^{(n+1)} \cdot \nabla U^{(n)})(\nabla U^{(n)} \cdot \nabla V) d\Omega}_{AU^{(n+1)}} = \underbrace{\eta'(|\nabla U^{(n)}|)\nabla U^{(n)}(\nabla U^{(n)} \cdot \nabla V)}_{B_1} + \underbrace{\iint_{\Omega} fV d\Omega}_{B_2} \quad \text{Equation III.78}$$

Sachant que, généralement, on désire imposer le débit, qui vérifie :

$$Q_{imp} = \iint_{\Omega} U^{final} d\Omega \quad \text{Equation III.79}$$

et non le gradient de pression f , on résout pour $n \geq 1$ le système suivant :

$$\begin{cases} A(U^{(n)})U_1^{(n+1)} = B_1(U^{(n)}) \\ A(U^{(n)})U_2^{(n+1)} = B_2(f^{(n)}) \\ f^{(n+1)} = f^{(n)} \times \frac{Q_{imp} - \iint_{\Omega} U_1^{(n+1)} d\Omega}{\iint_{\Omega} U_2^{(n+1)} d\Omega} \\ U^{(n+1)} = f^{(n+1)}U_2^{(n+1)} + U_1^{(n+1)} \end{cases} \quad \text{Equation III.80}$$

Le code éléments finis est écrit sous Matlab. Les grandeurs sont adimensionnées par W pour les longueurs, $t=W^3/Q_{imp}$ pour le temps et $K(1/t)^{m-1}$ pour les contraintes. La matrice de passage à l'élément de référence permet de calculer les fonctions de pondération et leurs dérivées sur chaque élément (intégration numérique par 36 points de Gauss) et donc les raideurs locales. L'assemblage est fait par matrice bande et le calcul du système linéaire par un algorithme optimisé propre à Matlab. Comme nous l'avons vu précédemment, le premier calcul purement newtonien donne des champs de vitesse permettant de calculer la viscosité en chaque nœud. On résout ensuite quelques pas par la méthode du point fixe afin d'approcher un peu la solution. Le système linéarisé est ensuite résolu par une méthode de Newton Raphson avec le critère de convergence suivant :

$$\frac{\|U^{(n+1)} - U^{(n)}\|}{\|U^{(n+1)}\|} < \varepsilon \quad \text{Equation III.81}$$

II.3.2.2. Résultats

Les deux figures suivantes nous présentent des exemples de résultats représentatifs pour des écoulements simples de Poiseuille, de cisaillement et le couplage des deux, pour un cas newtonien (Figure III.60) et pseudo-plastique ($m=0.1$) (Figure III.61).

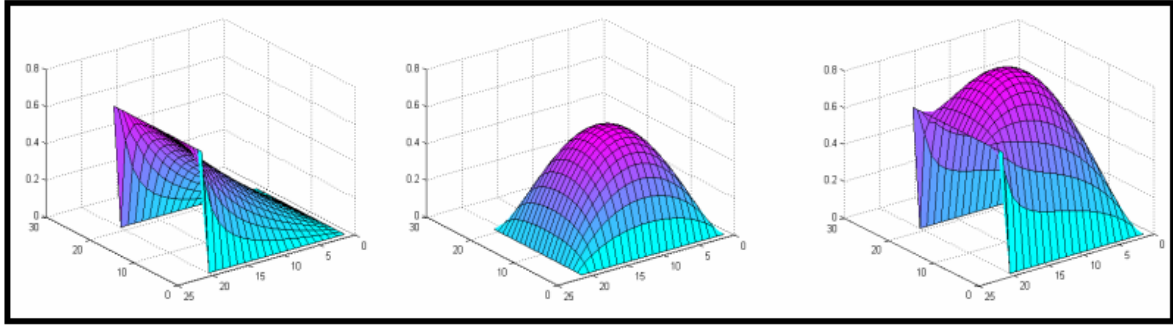


Figure III.60 : $m=1$ cisaillement, Poiseuille, cisaillement+Poiseuille

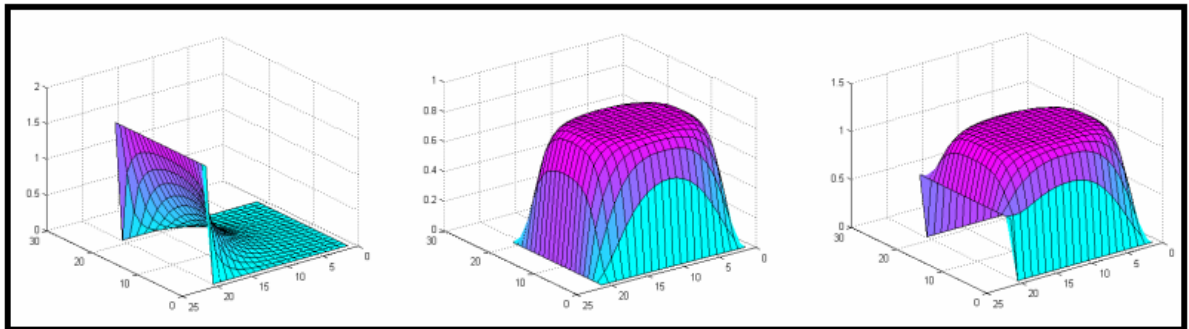


Figure III.61 : $m=0.1$ cisaillement, Poiseuille, cisaillement+Poiseuille

Nous avons effectué des simulations sur les deux vis au profil simple dont nous disposons, c'est-à-dire les profils de vis 1 et 2. La Figure III.62 présente un exemple de simulation à 30 tr/min pour la vis 1 et pour la vis 2. Ces simulations sont effectuées à partir des données expérimentales (débit, vitesse de rotation de la vis, température) en considérant la vis totalement remplie.

Nous avons, pour les deux vis un gradient de pression négatif dans la zone de pompage de la vis, dans la grande majorité des cas. Ce point est une évolution certaine par rapport aux calculs en une dimension, où nous ne pouvions même pas être prédictifs sur le signe du gradient de pression dans la zone de pompage. Cependant, dans le cas présent, les pressions en entrée de vis ne sont pas nulles, ce qui n'est physiquement pas possible. Nous verrons par la suite comment remédier à ce problème.

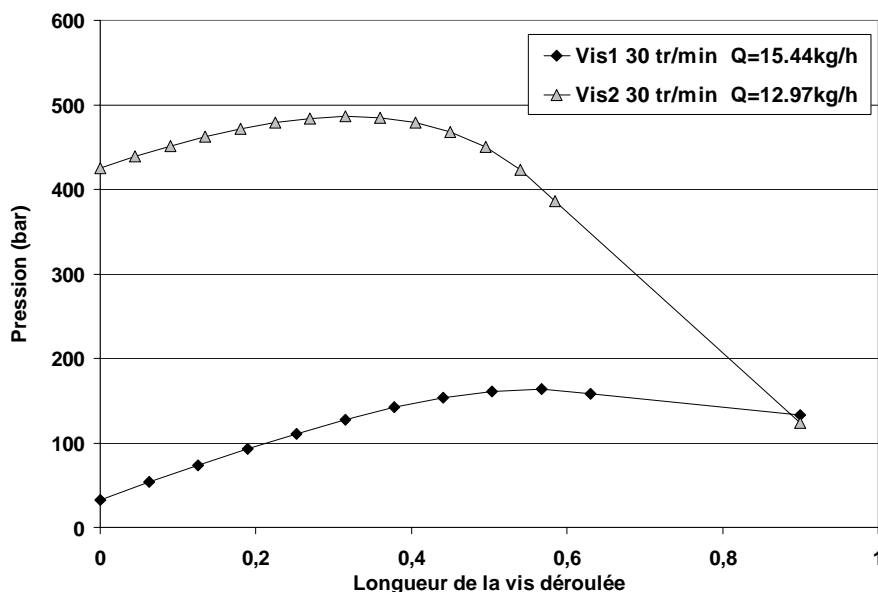


Figure III.62 : Exemple de simulation pour les vis 1 et 2 à 30 tr/min

II.3.2.3. Comparaison à l'expérience

Concentrons nous tout d'abord sur la zone de pompage des vis, pour différentes valeurs de vitesse de rotation. Nous choisissons à chaque fois le débit et la vitesse de rotation expérimentaux et nous comparons les résultats de gradient de pression dans la zone de pompage sur une longueur de $4D$, soit la distance comprise entre les capteurs 4 et 5 (Figure III.63 et Figure III.64). Le gradient de pression expérimental est calculé longitudinalement sur le chenal déroulé. L'incertitude de ce dernier prend alors en compte l'hypothèse de déroulement et de mesure.

La différence est relativement importante, puisqu'elle peut atteindre, selon la vis et la vitesse de rotation, 75%. Il est intéressant de soulever un autre point : pour la vis 1, nous sous-estimons les valeurs expérimentales, tandis que dans le cas de la vis 2 le calcul tend à largement surestimer les valeurs mesurées. Cet écart peut être dû à une mauvaise estimation des paramètres expérimentaux (vitesse ou débit). Cependant, comme nous allons le voir, le fait d'influer sur tel ou tel paramètre pourrait permettre d'améliorer le calcul pour une vis, mais nous éloigner de la réalité pour l'autre.

Prenons le cas de la vitesse de rotation : pour une vitesse de vis expérimentale de 30 tr/min, nous devons effectuer un calcul à 29 tr/min pour la vis 1 et à 45 tr/min pour la vis 2, pour obtenir les gradients de pression expérimentaux. Ce qui serait acceptable pour la vis 1 ne l'est plus pour la vis 2.

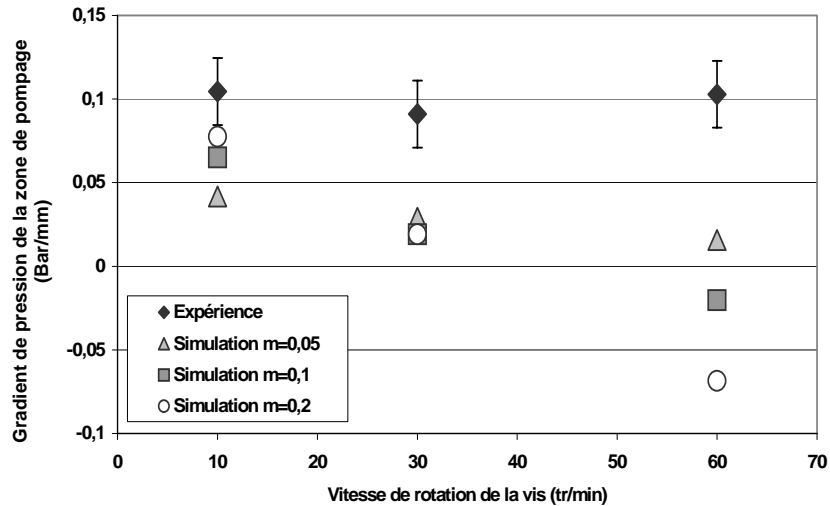


Figure III.63 : Comparaison entre expérience et calcul longitudinal dans la zone de pompage de la Vis 1, pour plusieurs vitesses de rotation de la vis

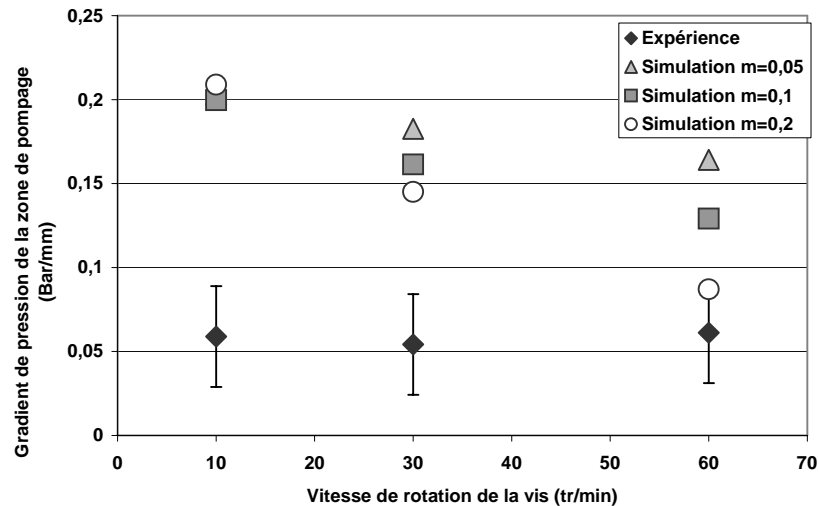


Figure III.64 : Comparaison entre expérience et calcul longitudinal dans la zone de pompage de la Vis 2, pour plusieurs vitesses de rotation de la vis

De même nous pouvons tester l'influence du débit (Figure III.65 et Figure III.66). Ces figures nous montrent comment on peut se recaler sur les gradients de pression expérimentaux de la zone de pompage en modifiant uniquement les valeurs de débit. Pour la vis 1, de faibles écarts nous permettent de corréler expérience et simulation. Par contre, pour la vis 2, ces écarts ne sont pas admissibles. Nous notons ici encore que dans le cas d'une vis (1) il faudrait augmenter artificiellement le débit, tandis que pour l'autre (2) il faudrait le diminuer.

Enfin sur les figures précédentes, nous pouvons également discerner l'influence d'un paramètre matière, l'indice de pseudo plasticité m (Figure III.63 et Figure III.64). Il est, à notre sens, inutile de faire varier la consistance K puisque son effet serait linéaire, et conduirait au même paradoxe. Nous notons que pour la vis 2 l'augmentation de m tend à nous rapprocher des valeurs expérimentales, ce qui n'est pas le cas pour la vis 1. Nous ne pouvons donc pas non plus conclure sur la variation de ce paramètre.

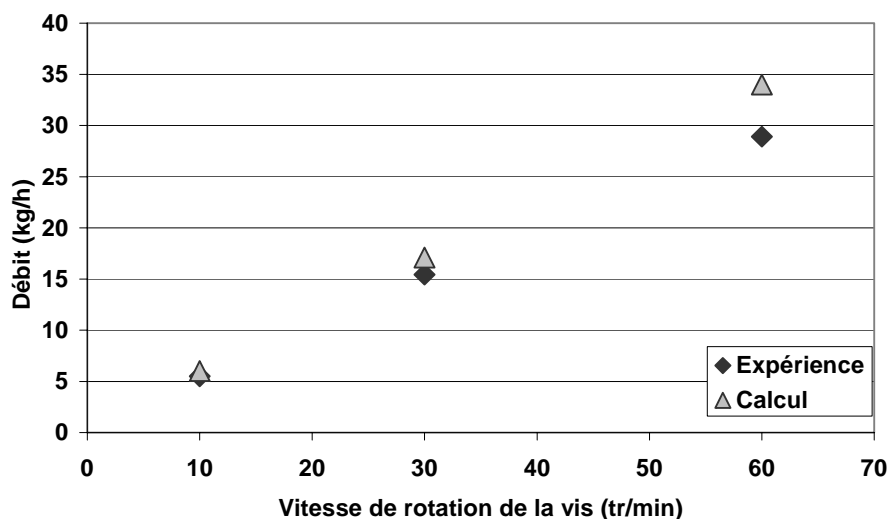


Figure III.65 : Comparaison entre expérience et calcul longitudinal dans la zone de pompage de la Vis 1 pour plusieurs vitesses de rotation de la vis, ajustement du débit

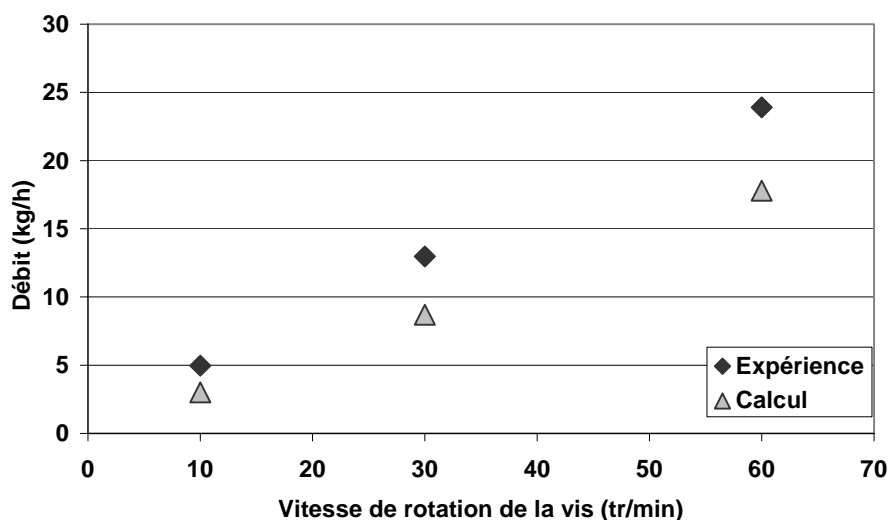


Figure III.66 : Comparaison entre expérience et calcul longitudinal dans la zone de pompage de la Vis 2 pour plusieurs vitesses de rotation de la vis, ajustement du débit

Nous pouvons tenter d'attribuer ces différences aux approximations que nous avons dû réaliser pour dérouler le chenal de la vis. En effet, nous effectuons cette mise à plat en se basant sur le diamètre du fourreau et non sur le diamètre de l'âme de la vis. Il existe donc des différences de longueur déroulée, plus ou moins importantes en fonction de la géométrie de vis. Ceci a pour conséquence une variation du gradient de pression pour un débit et une vitesse donnés.

Prenons l'exemple de la vis 1 : si l'on se place au niveau du fourreau ($\varnothing 45\text{mm}$), une longueur de 1D enroulée mesurera 148 mm déroulée. Tandis que si l'on se place au niveau de l'âme de la vis ($\varnothing 39\text{mm}$), 1D mesurera 130 mm. Les gradients de pression seront affectés de la manière suivante : à 30 tr/min nous obtenons respectivement pour les deux déroulements 0.09 et 0.1 bar/mm.

De même pour la vis 2, la profondeur du chenal est de 6 mm (au lieu de 3 mm pour la vis précédente). Nous obtenons donc ici des différences de longueur plus importantes, qui varient selon le déroulement entre 216 mm et 161 mm. Bien évidemment, les gradients de pression sont modifiés en conséquence et sont respectivement de 0.05 et 0.07 bar/mm.

Cette hypothèse peut permettre d'expliquer pourquoi les écarts sont plus importants sur la vis 2 que sur la vis 1. Mais on ne peut en aucun cas expliquer le fait que pour une vis les résultats soient surestimés et dans l'autre sous-estimés. De ce fait nous ne pouvons conclure sur la non précision de tel ou tel paramètre, comme le débit, la vitesse de vis, ou encore les paramètres rhéologiques. Nous pensons que cela peut venir de la non prise en compte de l'écoulement transverse, que nous allons développer dans le paragraphe suivant.

II.3.3. Ecoulement transversal

Dans cette partie nous allons simplement décrire comment l'écoulement transverse est calculé. Nous donnerons quelques exemples de validation, mais ce n'est que dans le paragraphe suivant que nous effectuerons le couplage mécanique, pour simuler une vis et effectuer la comparaison avec l'expérience.

II.3.3.1. Le modèle

Pour résoudre le problème transverse, nous nous concentrerons principalement sur la méthode de pénalisation, où le terme d'incompressibilité est traité par pénalisation [32]. Son principe repose sur la dissociation des résolutions en vitesse et pression, en faisant disparaître la dépendance en pression dans l'équation de conservation de l'équilibre. Certains auteurs la présentent, de par sa formulation faible, comme une "méthode mixte", c'est-à-dire où les champs de vitesse et de pression sont déterminés simultanément. Même si du point de vue théorique la "supériorité" des méthode mixtes est avérée, il n'en reste pas moins qu'elles sont encore relativement peu employées. En dehors du fait qu'elles soient récentes, ceci peut s'expliquer par le fait qu'elles requièrent une culture numérique relativement complète. C'est pour ces raisons de relative moindre complexité que nous choisirons l'utilisation d'une méthode de pénalisation.

La Figure III.67 présente la géométrie de l'écoulement, ainsi que les conditions aux limites. Le profil de vitesse considéré est le suivant :

$$\begin{array}{c} u(x, y) \\ v(x, y) \\ 0 \end{array} \quad \text{Equation III.82}$$



Figure III.67 : Géométrie de la modélisation de l'écoulement transversal

La méthode de pénalisation consiste à résoudre le système suivant :

$$\begin{cases} \operatorname{div}(2.\eta.\dot{\epsilon}(\vec{v})) - \nabla p = 0 \\ \operatorname{div}(\vec{v}) + \frac{1}{\lambda}.p = 0 \end{cases} \text{ sur } \Omega \quad \text{Equation III.83}$$

λ le terme de pénalisation est égal à 10^7 . Le fait de rajouter un terme dans la seconde équation du système n'affecte que très faiblement la condition d'incompressibilité, puisque lorsque λ tend vers l'infini, le terme ajouté tend vers 0. Ainsi nous avons la condition sur la pression suivante :

$$-p = \lambda.\operatorname{div}(\vec{v}) \quad \text{Equation III.84}$$

Nous réinjectons cette dernière dans la première équation du système et nous obtenons :

$$\operatorname{div}((2.\eta.\dot{\epsilon}(\vec{v})) + \lambda.\operatorname{tr}\dot{\epsilon}(\vec{v})) = 0 \quad \text{Equation III.85}$$

et $\operatorname{div}(2.\eta.\dot{\epsilon}(\vec{v})) + \operatorname{div}(\lambda \operatorname{tr}\dot{\epsilon}(\vec{v}) I) = 0 \quad \text{Equation III.86}$

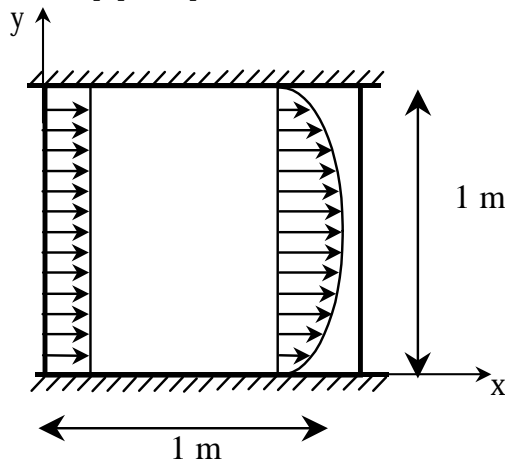
Ainsi $\lambda \operatorname{tr}\dot{\epsilon}(\vec{v})$ représente la pression que nous pourrions calculer en post processeur. Plus λ est grand, plus on impose l'incompressibilité.

II.3.3.2. Résultats, validation

Nous validons notre calcul sur un écoulement de Poiseuille simple, puis nous calculons transversalement dans le chenal (cavité entraînée).

II.3.3.2.1. Poiseuille simple

Les données du problème sont consignées ci-dessous. On impose un champ de vitesse uniforme en entrée, on suppose un contact collant aux parois, c'est-à-dire une vitesse nulle. Le profil parabolique prend alors forme. Le maillage est régulier, de 10 mailles par côté, soit un total de 100 éléments et 441 nœuds. En effet, nos éléments possèdent 9 nœuds chacun. Nous effectuons tout d'abord un calcul newtonien (Figure III.68), puis un calcul pseudo plastique avec $m=0.11$ (Figure III.69). Nous observons que le profil de vitesse dans le sens de l'écoulement est beaucoup plus aplati.



Vitesse moyenne en entrée 10 m/s

Caractéristique Rhéologique :

Fluide Newtonien :

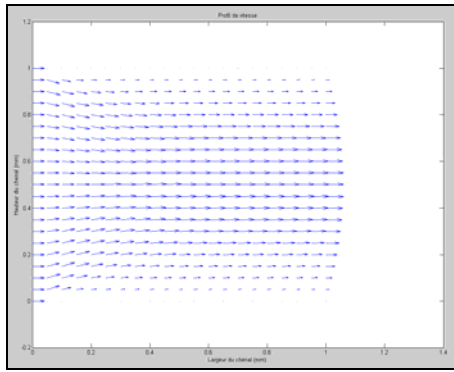
$$m = 1$$

$$K = 150000 \text{ Pa}$$

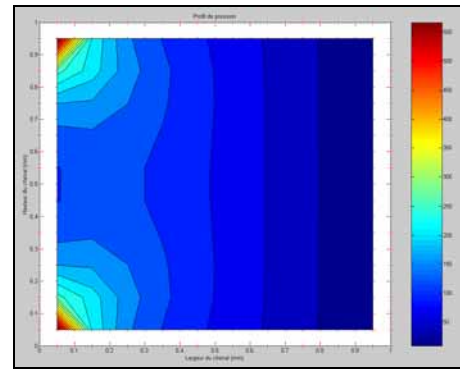
Fluide Pseudo plastique

$$m = 0.11$$

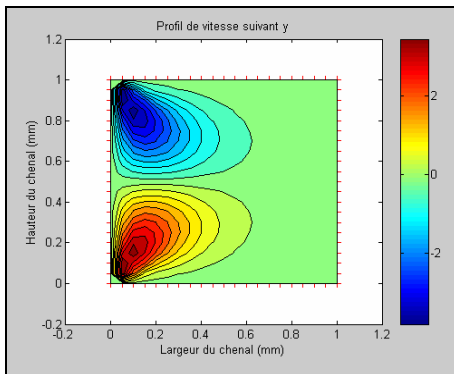
$$K = 150000 \text{ Pa}$$



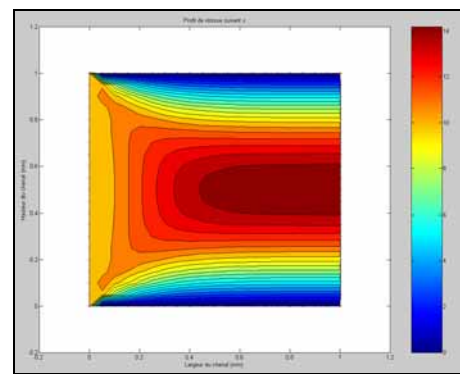
Profil de vitesse suivant x et y



Profil de pression

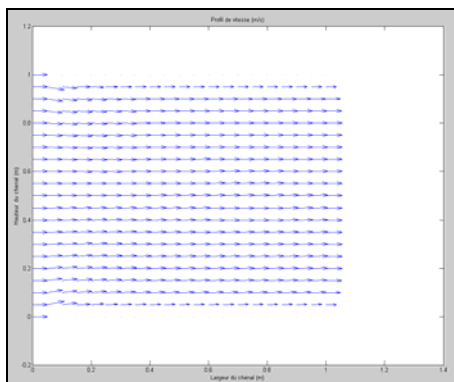


Profil de vitesse suivant y

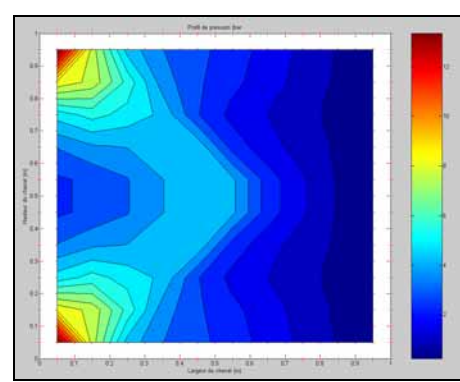


Profil de vitesse suivant x

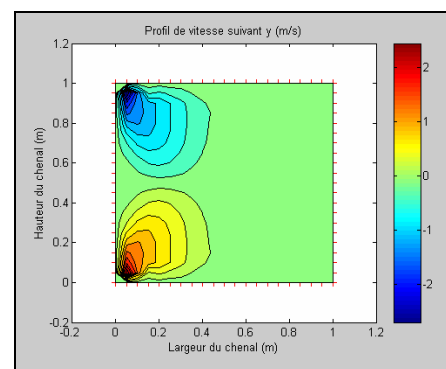
Figure III.68 : Résultats pour le cas newtonien ($m=1$)



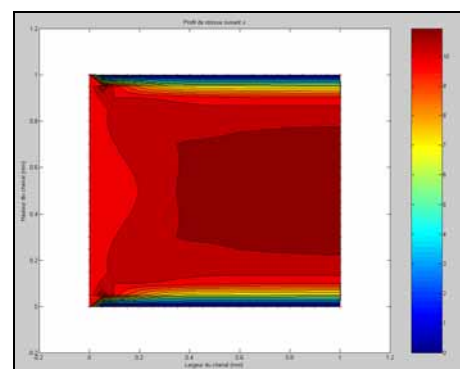
Profil de vitesse suivant x et y



Profil de pression



Profil de vitesse suivant y



Profil de vitesse suivant x

Figure III.69 : Résultats pour le cas pseudoplastique ($m=0.11$)

La comparaison des résultats de simulation et du calcul analytique est donnée sur les Figure III.70 à Figure III.72. Les calculs analytiques sont effectués grâce aux équations suivantes :

$$u(y) = \frac{2.m+1}{m+1} \cdot \bar{V} \cdot \left[1 - \left(\frac{2|y|}{h} \right)^{(1+m)/m} \right] \quad \text{Equation III.87}$$

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{12.\eta.\bar{V}}{h^2} \quad \text{Equation III.88}$$

$$\frac{\partial p}{\partial x} = 2.K \cdot \left(\bar{V} \cdot \frac{2.(2.m+1)}{m} \right)^m \cdot h^{-(1+2.m)} \quad \text{Equation III.89}$$

Une très bonne corrélation est observée, aussi bien pour le cas newtonien que pseudo plastique. Pour les profils de vitesse en sortie, nous ne voyons pas de différence entre les deux calculs. Pour les valeurs de pression, une fois l'écoulement établi, les valeurs sont également très satisfaisantes.

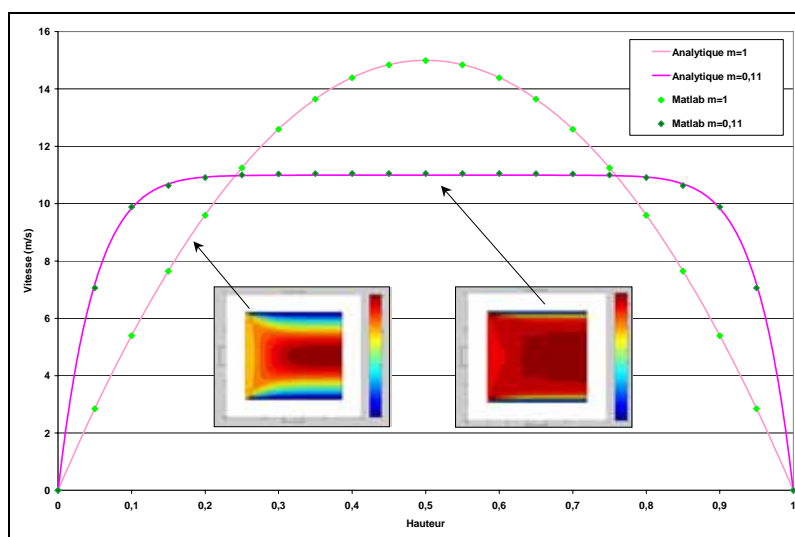


Figure III.70 : comparaison des résultats de simulation et du calcul analytique en sortie

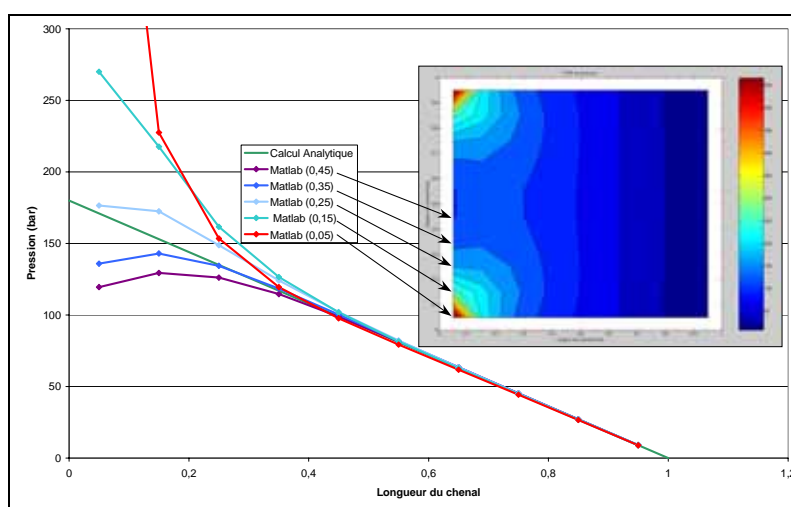


Figure III.71 : Comparaison des profils de pression en newtonien (m=1)

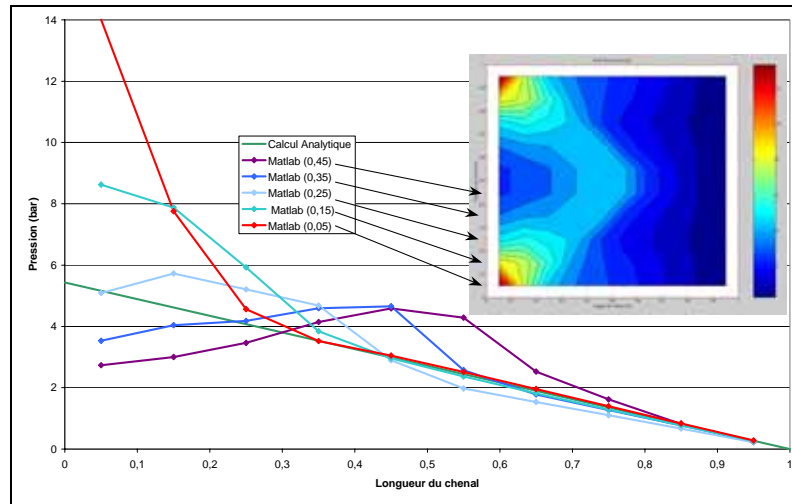


Figure III.72 : Comparaison des profils de pression en pseudo plastique ($m=0.1$)

L'influence du maillage sur le profil de vitesse pour $m=0.11$ a également été testée (Figure III.73). Nous voyons clairement que le nombre de nœud choisi est largement satisfaisant pour ce cas. Pour les calculs ultérieurs nous conserverons ce type de maillage, c'est à dire que nous effectuerons les raffinements nécessaires à la stabilisation des valeurs.

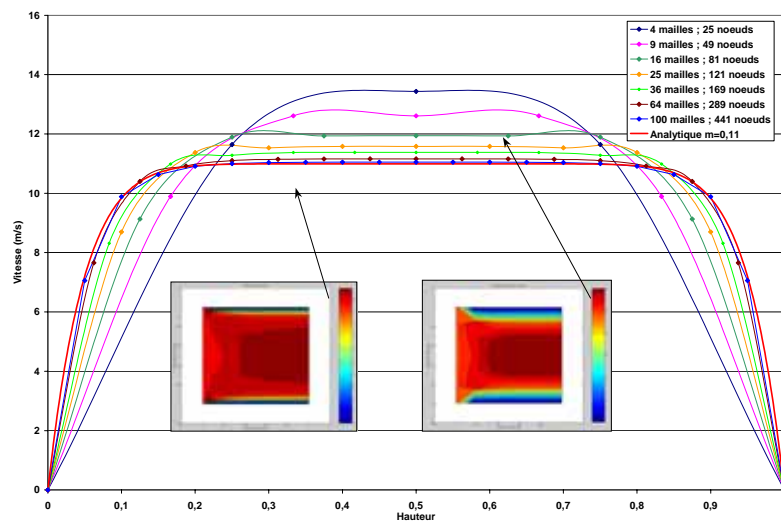
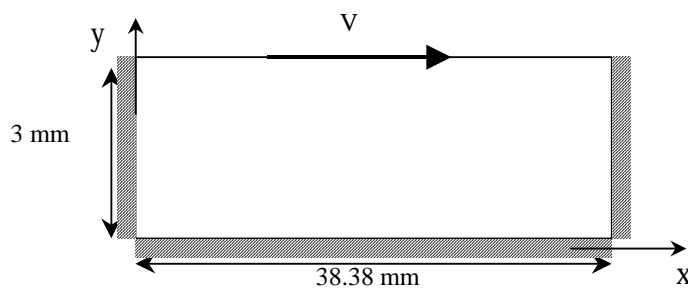


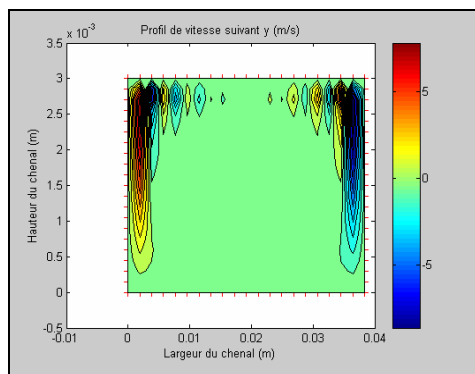
Figure III.73 : Influence du maillage sur le profil de vitesse pour $m=0.11$

II.3.3.2.2. Ecoulement transversal

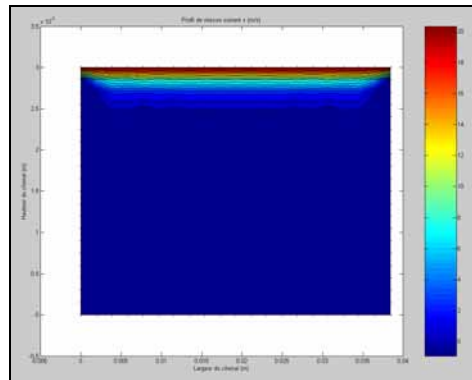


Vitesse imposée 21.4 mm/s
Caractéristique Rhéologique :
Fluide Pseudo plastique
 $m = 0.11$
 $K = 150000 \text{ Pa}$

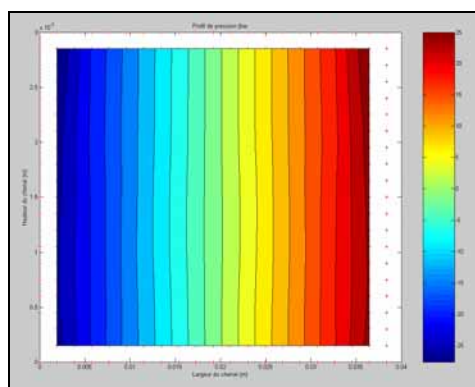
La matière est confinée dans une section. L'imposition sur la face supérieure de la cavité d'une vitesse va permettre de faire tourner la matière. On représentera ainsi l'écoulement de recirculation transverse d'une vis d'extrudeuse. On suppose toujours un contact collant aux parois. Nous avons traité ce cas pour différentes valeurs du coefficient de pseudo plasticité. Nous présentons ici les résultats pour une valeur de m de 0.1, sur la vis 1 (Figure III.74).



Profil de vitesse suivant y



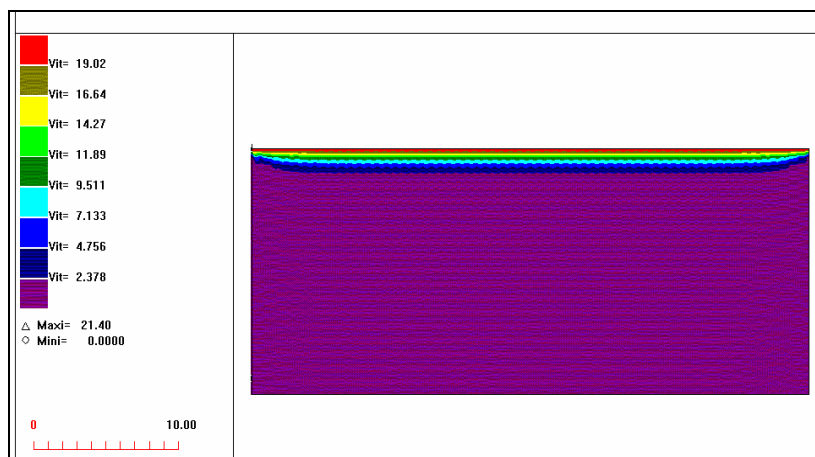
Profil de vitesse suivant x



Profil de pression

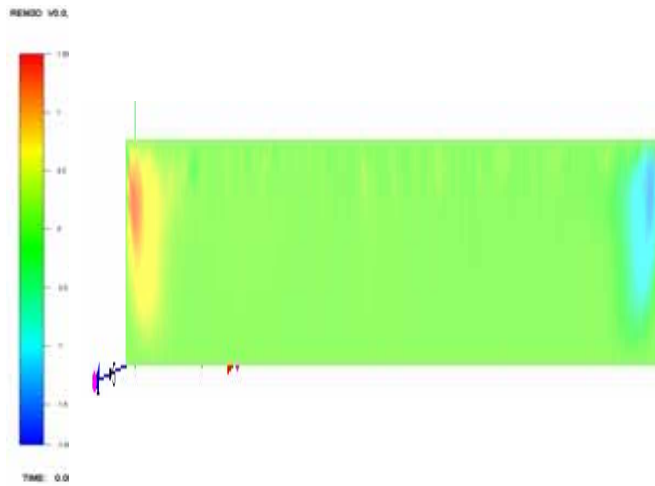
Figure III.74 : Ecoulement transversal, calcul Matlab

De manière à valider ces calculs, nous avons effectué le même type d'approche sur d'autres codes de simulation en l'occurrence Forge2[®] et REM3D[®]. Les résultats de ces simulations sont présentés sur la Figure III.75 et la Figure III.76.

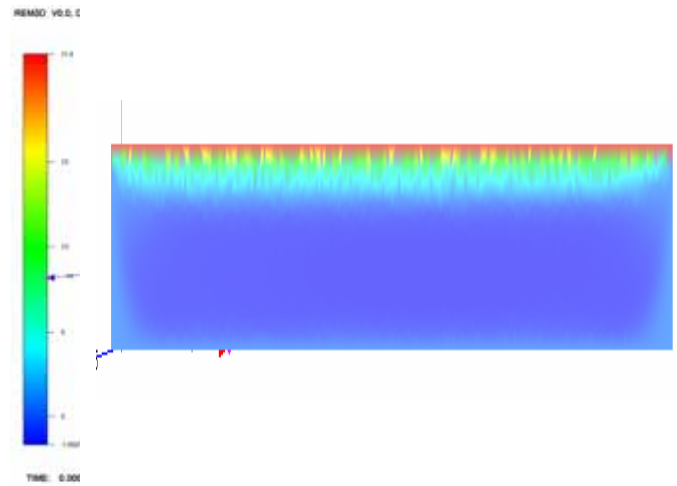


Profil de vitesse suivant x

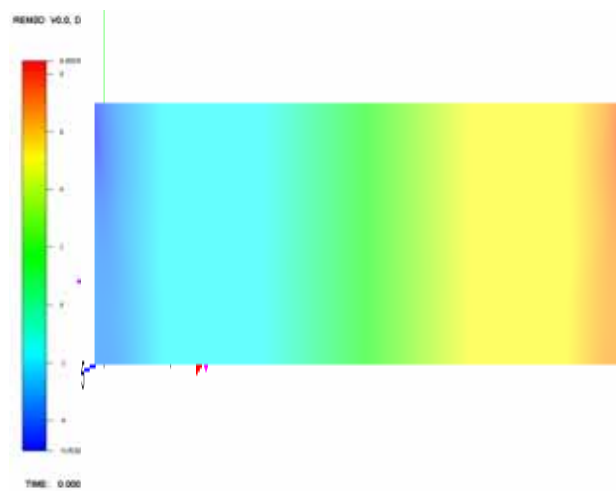
Figure III.75 : Ecoulement transversal calcul Forge2



Profil de vitesse suivant y



Profil de vitesse suivant x



Profil de pression

Figure III.76 : Ecoulement transversal calcul REM3D

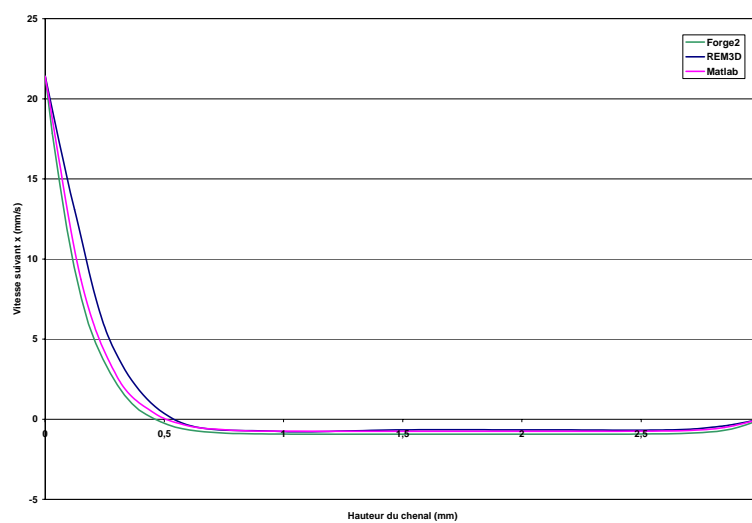


Figure III.77 : Comparaison des profils de vitesse sur un axe de symétrie parallèle à l'axe des ordonnées au centre du canal pour $m=0.1$ pour les différents codes utilisés

La comparaison des profils de vitesse sur un axe de symétrie parallèle à l'axe des ordonnées au centre du chenal pour les différents codes utilisés est représentée sur la Figure III.77. Nous obtenons une bonne superposition des résultats, ce qui permet de valider notre code. La comparaison des valeurs pression entre le filet avant et le filet arrière est d'environ 15 bar pour le calcul REM3D, alors qu'il est de 50 bar pour le calcul Matlab. Cette différence, significative, est attribuée à la reconstruction de la pression par la méthode de pénalisation du calcul Matlab. Cependant, ce point n'influencera pas le calcul suivant, puisque seuls les profils de vitesse (corrects) serviront au calcul des cisaillements et donc au couplage.

Nous disposons désormais d'un module de calcul transverse capable de rendre compte des évolutions de vitesse et de pression dans une cavité. Nous allons, dans le paragraphe suivant, coupler ce module transverse au module longitudinal de manière à rendre compte le mieux possible de la réalité.

II.3.4. Couplage longitudinal / transversal

Nous pouvons désormais coupler les deux calculs grâce au taux de cisaillement généralisé afin d'essayer d'obtenir un profil de pression sur la longueur de la vis plus réaliste. Le taux de cisaillement généralisé peut s'écrire de la façon suivante, lorsque nous considérons un vecteur vitesse globale indépendant de z :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\underbrace{\left(\frac{\partial w}{\partial x}\right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial y}\right)^2}_{\text{Ecoulement longitudinal}} + 2 \cdot \underbrace{\left(\frac{\partial u}{\partial x}\right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{\partial v}{\partial y}\right)^2 + \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x}\right)^2}_{\text{Ecoulement transverse}}} \quad \text{Equation III.90}$$

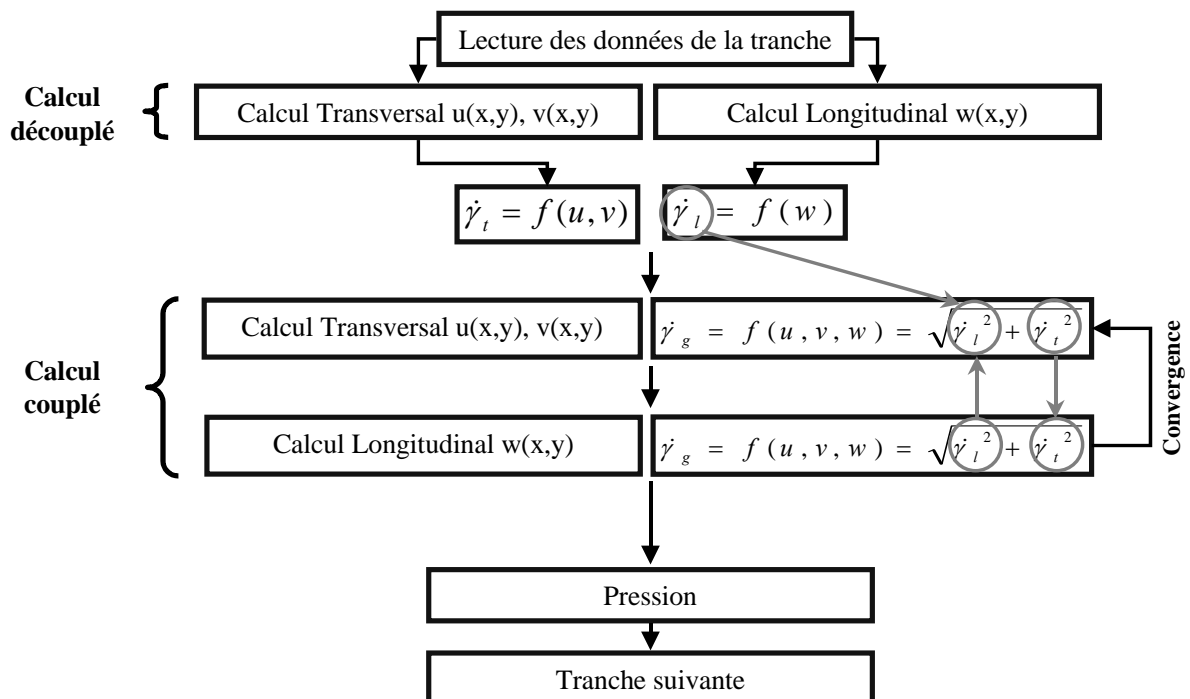


Figure III.78 : Principe du couplage longitudinal / transversal

La Figure III.78 présente le principe du couplage longitudinal/transversal : après lecture des données géométriques et matériau, un calcul découplé est effectué, transversal puis longitudinal. Ensuite, nous lançons un nouveau calcul transversal où nous allons ajouter dans le calcul du taux

de cisaillement la composante de l'écoulement longitudinal. Puis nous effectuons de même un calcul longitudinal où nous incorporons dans le calcul du taux de cisaillement la composante de l'écoulement transverse, et ainsi de suite jusqu'à convergence. La convergence se fait sur le taux de cisaillement généralisé. Quelques incréments suffisent (5 itérations) pour obtenir cette convergence. Nous pouvons donc, pour une géométrie donnée (représentant une tranche), calculer un gradient de pression, et réitérer le calcul à la tranche suivante.

II.3.4.1. Résultats

Dans un premier temps nous comparons les résultats obtenus par le calcul longitudinal et ceux issus du calcul couplé longitudinal / transversal sur la vis 1 et la vis 2 (Figure III.79 et Figure III.80). La conséquence du couplage est nette, visuellement, quelle que soit la géométrie, nous obtenons un profil de pression situé en deçà pour le calcul couplé. En revanche, lorsque nous regardons de plus près, nous notons que le gradient de pression est diminué dans la zone de pompage et juste en amont, tandis qu'il est augmenté dans la zone de compression.

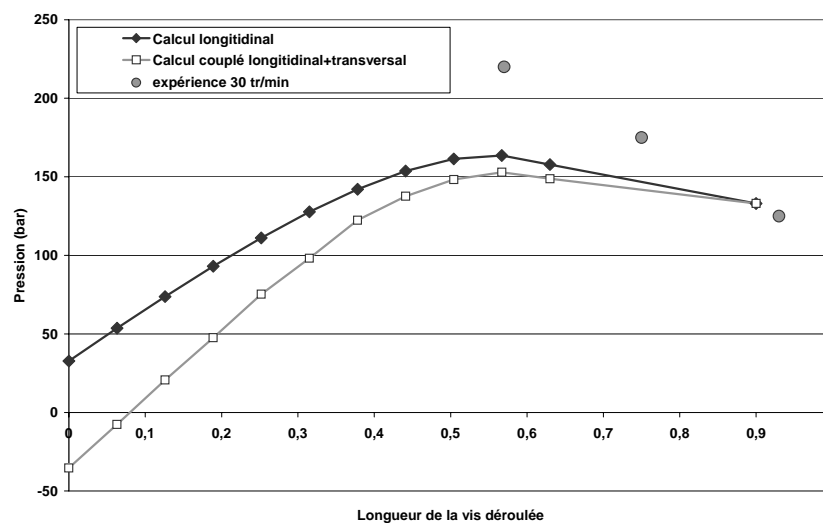


Figure III.79 : Comparaison du calcul longitudinal et du calcul couplé longitudinal / transversal pour la vis 1 (30tr/min)

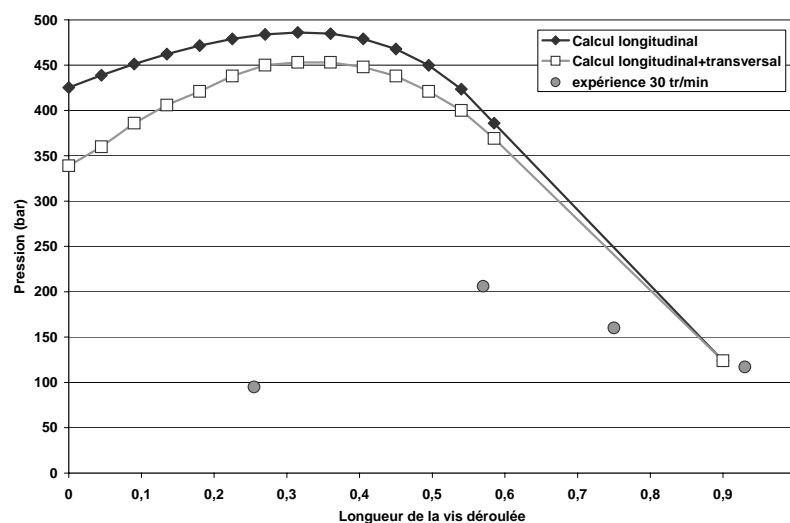


Figure III.80 : Comparaison du calcul longitudinal et du calcul couplé longitudinal / transversal pour la vis 2 (30tr/min)

Nous pouvons également voir sur ces figures où apparaissent les mesures expérimentales, que nous ne sommes pas plus prédictifs qu'avec les calculs précédents, particulièrement pour la vis 2, qui présente un chenal plus profond et moins large.

Nous pouvons néanmoins calculer le débit nécessaire à l'obtention d'une pression nulle en entrée, mais aussi celui qui permettrait de passer par les points expérimentaux. (Figure III.81 et Figure III.82). Pour la vis 1, le débit permettant à la pression de passer par zéro est de 16 kg/h (pour 15.44kg/h de débit expérimental). Par contre, il devrait être de 17 kg/h pour passer par les points expérimentaux. Pour la vis 2, le premier débit est de 10 kg/h (au lieu de 13 expérimental) et le second de 9 kg/h.

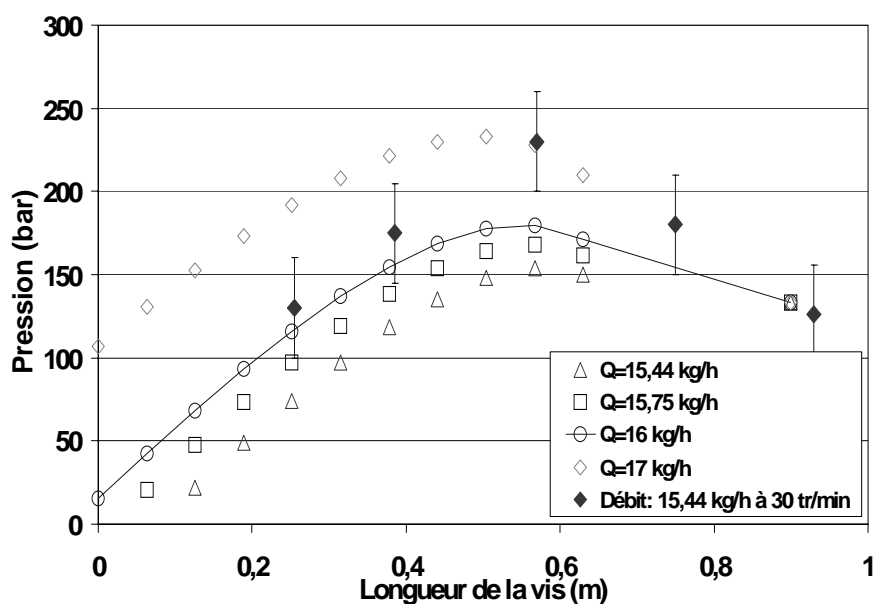


Figure III.81 : Recalage en débit afin d'obtenir une pression nulle en entrée, vis 1

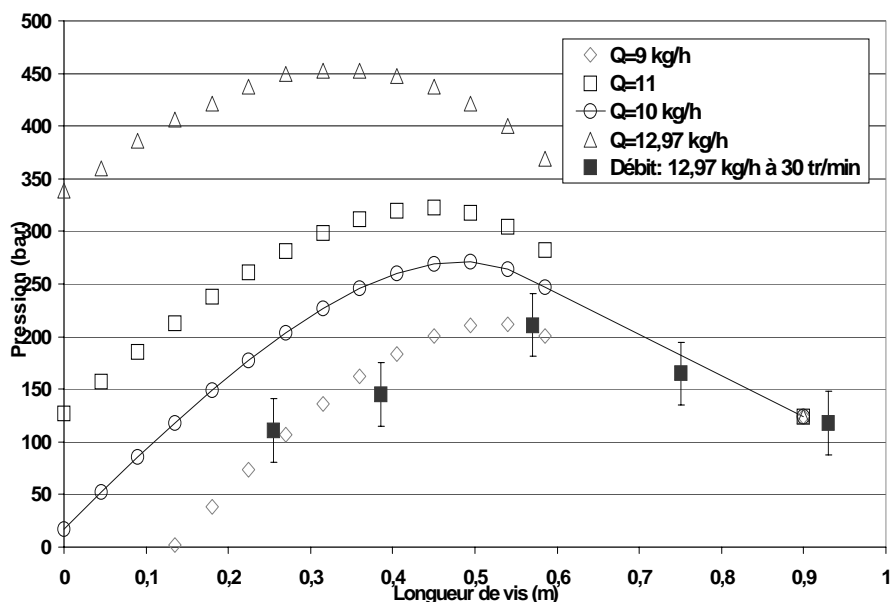


Figure III.82 : Recalage en débit afin d'obtenir une pression nulle en entrée, vis 2

La Figure III.83 présente les débits théoriques en fonction des débits expérimentaux pour la vis 1 et la vis 2 et différents recalages, à différentes vitesses de rotation de la vis (10, 30 et 60 tr/min). Nous voyons encore une fois que la tendance est opposée pour la vis 1 et la vis 2. Pour

la vis 1, nous voyons qu'un recalage avec une pression nulle en entrée nous permet d'avoir des valeurs de débit proches des débits expérimentaux. En revanche sur la vis 2, les débits théoriques sont toujours inférieurs aux débits expérimentaux.

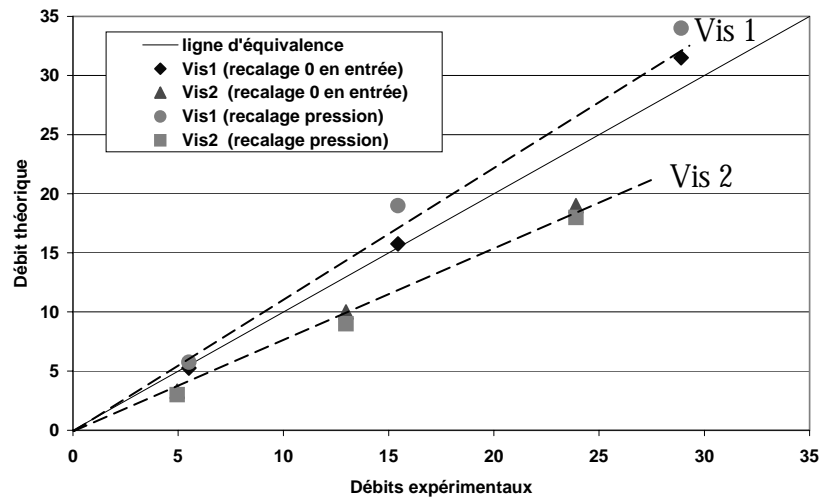


Figure III.83 : Débits théoriques en fonction des débits expérimentaux pour la vis 1 et la vis 2 et différents recalages

La Figure III.84 présente d'une manière différente ces résultats. La pression théorique est tracée en fonction des pressions expérimentales pour la vis 1 et la vis 2, pour un calcul où le débit est ajusté pour avoir une pression nulle à l'entrée de la vis. Nous voyons clairement que les pressions pour chacun des capteurs sont surestimées pour la vis 2 et sous-estimées pour la vis 1.

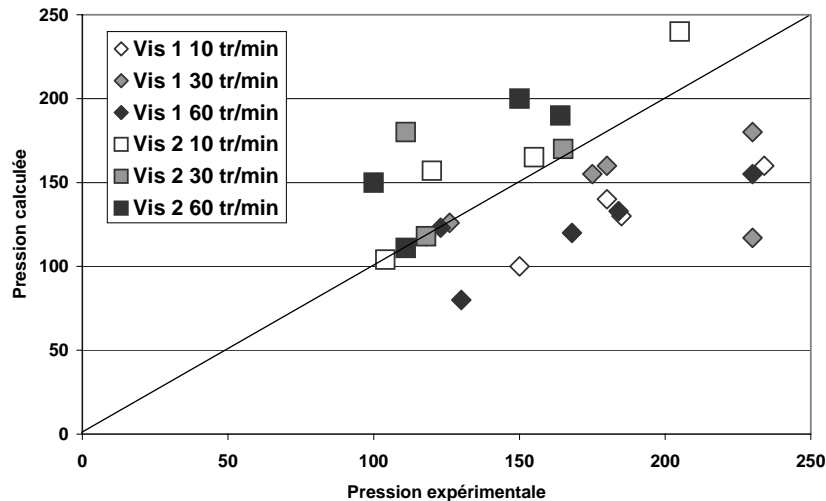


Figure III.84 : Pressions théoriques en fonction des pressions expérimentales pour la vis 1 et la vis 2 à trois vitesses de rotation pour chacun des 5 capteurs de pression

Pour expliquer ces résultats, nous pouvons remettre en cause le couplage transversal/longitudinal. En effet, le découplage de ces deux écoulements est licite lorsque l'on utilise une loi de comportement newtonienne. Pour un comportement non-newtonien, il n'est théoriquement plus possible de découpler les écoulements, car ils sont liés par l'expression de la vitesse de déformation généralisée. Ainsi, cette approximation est peut-être dans notre cas trop forte et ne nous permet pas de retrouver les valeurs expérimentales. Nous mettons donc en doute le couplage. Une confrontation avec le calcul 3D dans un chenal déroulé (qui sera présenté en

détail au paragraphe suivant) peut nous permettre de confirmer ce litige. En effet, le calcul 3D n'est subordonné à aucune approximation et les champs de vitesse sont résolus simultanément.

La Figure III.85 présente les comparaisons des gradients de pression obtenus pour des calculs 2D et 3D pour différents indices de pseudo plasticité. Nous présentons tout d'abord les résultats pour des écoulements simples de Poiseuille et de cisaillement longitudinal. Puis nous ajoutons, grâce au couplage que nous venons de présenter en 2D, l'écoulement transverse.

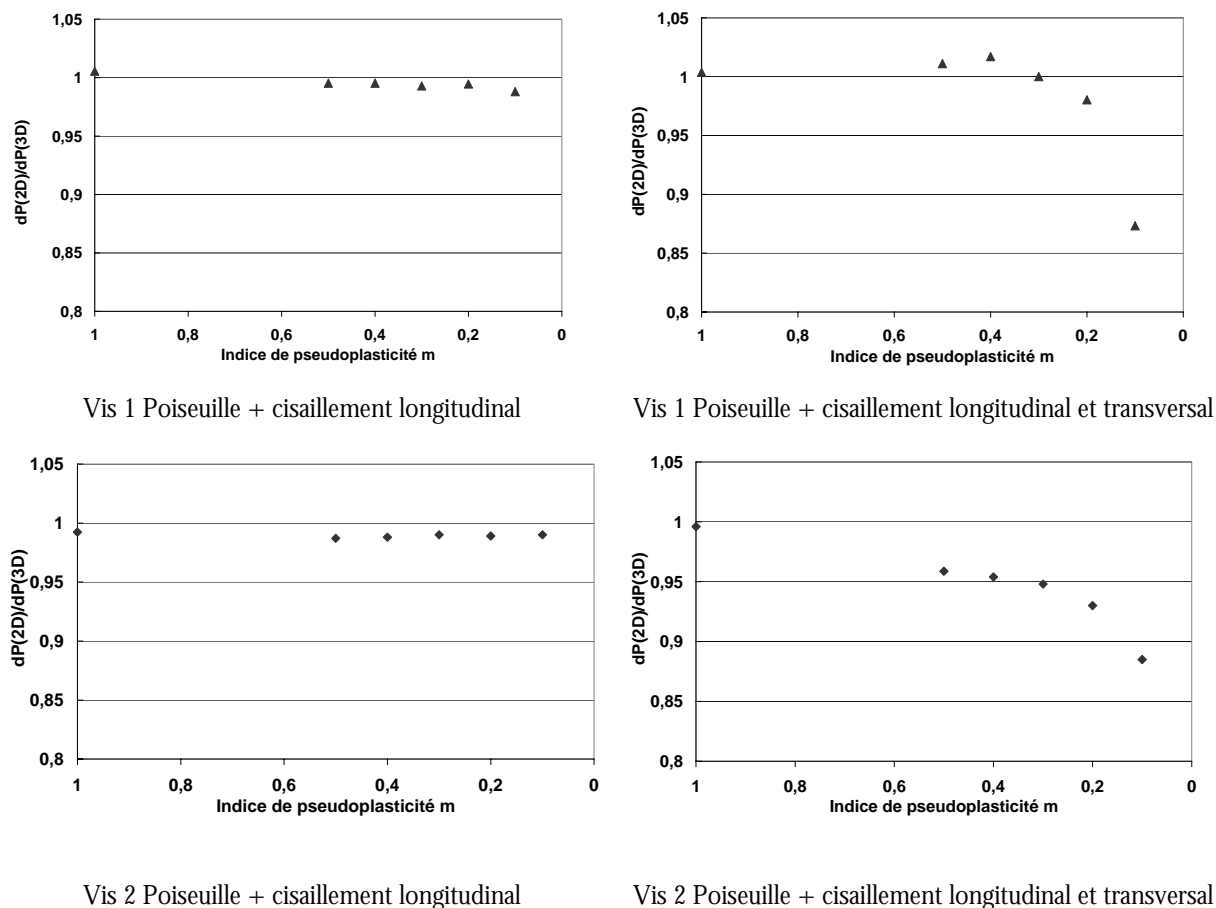


Figure III.85 : Comparaison des gradients de pression 2D et 3D pour des écoulements couplés ou non pour les vis 1 et 2 pour différents indices de pseudo plasticité

Les résultats parlent d'eux-mêmes : lorsque nous ne prenons en compte que les écoulements de cisaillement longitudinal et de Poiseuille, qu'il s'agisse de la vis 1 ou de la vis 2, et quel que soit l'indice de pseudoplasticité m , nous obtenons des valeurs proches de 1 pour le rapport des gradients de pression entre le calcul 2D et 3D. Cela signifie que les résultats sont identiques et que les approximations faites sont réalistes. En revanche, lorsque nous prenons en compte l'écoulement transverse, nous trouvons les valeurs des gradients de pression identiques pour $m=1$ (cas newtonien), lorsque le découplage est licite. En revanche, lorsque le coefficient de pseudoplasticité décroît, le rapport décroît également, et d'autant plus que m est faible. Ces résultats nous permettent donc de remettre en cause la validité d'un découplage des écoulements longitudinaux et transversaux pour des valeurs d'indice de pseudoplasticité relativement faibles. Cependant cela ne nous permet d'expliquer que partiellement pourquoi pour la vis 1 les valeurs étaient sous estimées tandis qu'elles étaient surestimées pour la vis 2. Le rapport des calculs 2D-3D est plus faible dans le cas de la vis 1, ce qui devrait permettre une augmentation plus conséquente dans cette géométrie que dans celle de la vis 2. Le cisaillement transverse plus intense dans le cas d'un calcul découplé dans la vis 1 n'est peut être pas le reflet de la réalité.

II.3.4.2. Conclusion

Dans cette partie concernant la simulation en deux dimensions des écoulements dans un chenal de vis d'extrudeuse, nous avons mis en valeur différents points : nous avons tout d'abord effectué un calcul longitudinal et un calcul transversal séparés. Après validation de la simulation de ces deux écoulements, nous avons couplé ces deux calculs par l'intermédiaire du taux de cisaillement généralisé. Nous sommes ainsi à même de calculer les évolutions de pression sur toute la longueur d'un profil de vis simple. La comparaison à l'expérience n'est pas satisfaisante : dans un cas nous surestimons, dans l'autre nous sous-estimons les valeurs de pression expérimentales. Afin de mieux comprendre, nous avons effectué des comparaisons avec un calcul 3D dans une géométrie déroulée. Nous mettons en évidence la non validité d'un découplage des écoulements transversaux et longitudinaux pour des faibles valeurs de l'indice de pseudoplasticité. A ce point, il nous semble donc nécessaire d'utiliser une technique 3D, ne faisant plus intervenir d'approximation dans le calcul. C'est l'objectif de la partie suivante.

II.4. Modélisation 3D

II.4.1. Introduction : Présentation du modèle 3D

Pour modéliser en trois dimensions des éléments de vis, qu'il s'agisse d'ailleurs de géométrie déroulée ou réelle, nous utiliserons le code REM3D[®]. Ce code est à la base dédié à l'injection [4], [8], [70]. REM3D[®] est un logiciel basé sur une approche tridimensionnelle, à laquelle est associé un maillage 3D. Il résout les problèmes de remplissage de moules comme un problème d'écoulement de fluides visqueux avec une surface libre instationnaire. Ses caractéristiques principales sont les suivantes (Figure III.86) :

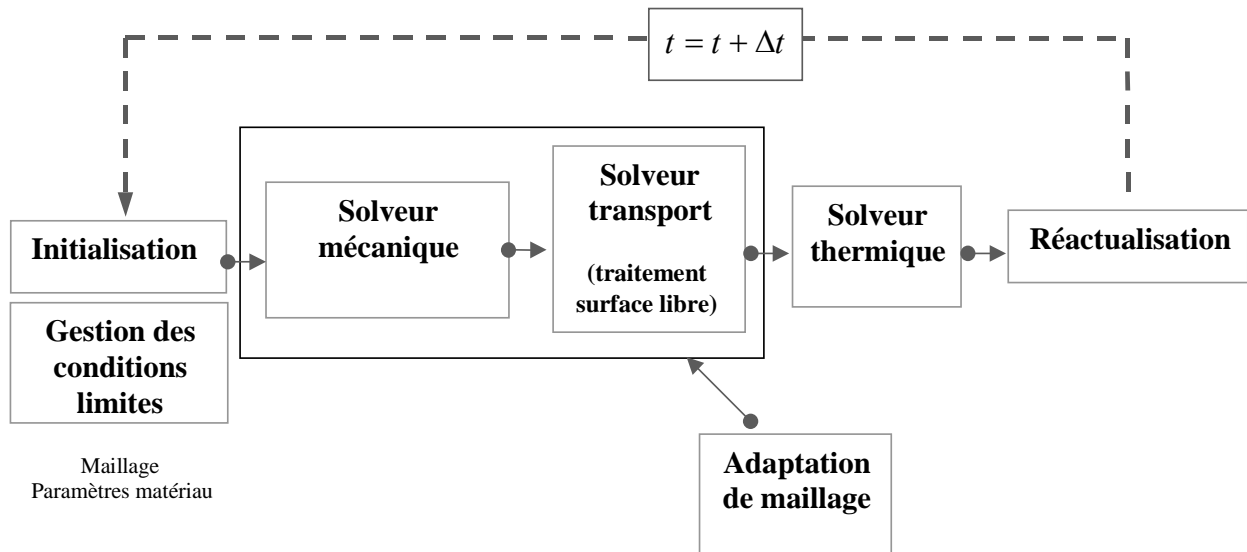


Figure III.86 : Schéma de principe du code éléments finis REM3D[®]

- Un solveur de Stokes prolongé qui utilise une formulation mixte vitesse-pressure stabilisée pour résoudre les équations de l'écoulement sur tout le domaine ;
- Un solveur espace-temps pour l'équation de transport qui permet de déterminer quel est le domaine occupé par le polymère et, par conséquent la position de la surface libre ;
- Un module d'adaptation de maillage, qui permet de mieux capturer la surface libre et l'interface entre plusieurs domaines ;
- Un solveur thermique avec une formulation mixte température-flux de chaleur, résolue aussi par une méthode d'éléments finis espace-temps, qui permet de prendre en compte le couplage moule-polymère et détermine les profils de température dans l'outillage.

Dans notre application, nous n'utiliserons pas le solveur thermique (cas isothermes). De plus, nous considérerons notre cavité comme entièrement remplie, nous plaçant ainsi dans un cas stationnaire.

Les calculs peuvent être réalisés soit à pression imposée, soit à débit imposé. Nous utiliserons cette deuxième manière de procéder. Une pression est imposée en entrée et en sortie (nulle), un débit est ainsi calculé, puis ce dernier est comparé au débit imposé. La pression en entrée est itérativement modifiée afin de retrouver la valeur demandée.

II.4.2. Calcul en géométrie déroulée

Dans un premier temps, et de manière à pouvoir effectuer les comparaisons présentées à la fin de la partie précédente, nous nous placerons dans une géométrie simple, représentant un chenal de vis déroulé. Pour des raisons de taille de maillage évidentes, nous ne représenterons qu'un seul "D" de la zone de pompage de chaque vis, soit une longueur axiale de 45mm.

Plusieurs maillages ont été testés afin d'obtenir les meilleurs résultats possibles, et surtout pour n'avoir qu'une faible influence du maillage sur nos résultats (Figure III.87). Le gradient de pression n'est pas stabilisé, mais il est difficile de raffiner plus sans l'obtention de maillages trop importants.

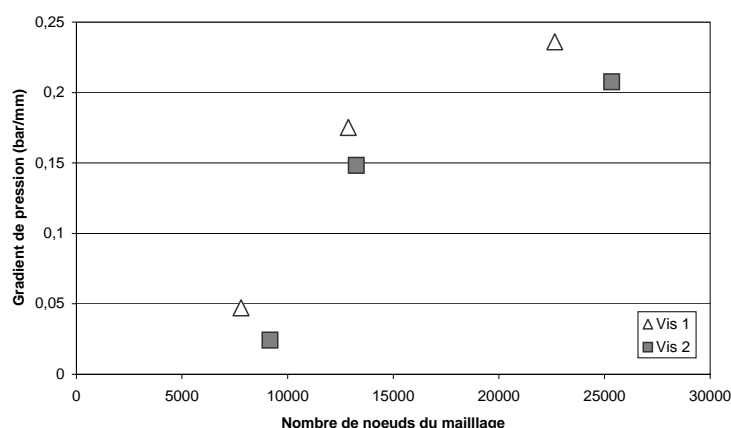


Figure III.87 : Influence du maillage à 30 tr/min, pour la vis 1 à $Q=15.44$ kg/h, et la vis 2 à $Q=12.97$ kg/h

C'est ainsi que les maillages suivants pour les vis 1 et 2 ont été construits (Figure III.88 et Figure III.89). Nous avons effectué des raffinements dans l'épaisseur, mais aussi sur les bords. En effet, pour les cas à faible coefficient de pseudo-plasticité, le profil de vitesse change rapidement sur les bords, d'où la nécessité de pouvoir capter ces informations.

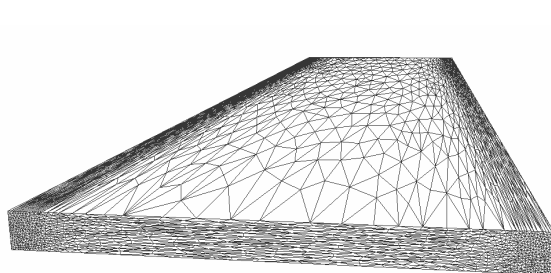


Figure III.88 : Maillage pour la zone de pompage de la vis 1, 22644 noeuds

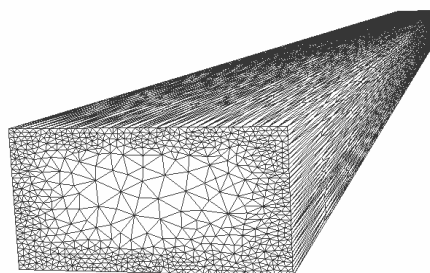


Figure III.89 : Maillage pour la zone de pompage de la vis 2, 25342 noeuds

Nous présentons sur la Figure III.90 un exemple de résultats obtenu pour la zone de pompage de la vis 1. De façon à prendre en considération la rotation du fourreau, nous imposons sur la face supérieure un vecteur vitesse ayant une composante suivant Z (écoulement longitudinal) et suivant X (écoulement transverse). Nous retrouvons bien, sur les figures suivantes une valeur constante de la vitesse sur la face supérieure et une vitesse nulle aux parois. Le mouvement de recirculation que crée l'imposition d'une vitesse transversale, se retrouve sur le profil de vitesse suivant la longueur du chenal (Z), puisque celui-ci n'est plus symétrique. Le calcul est effectué à débit imposé. Nous avons donc, à l'issue du calcul, accès aux valeurs de pression. Les franges de pression qui apparaissent sont bien évidemment inclinées d'un angle θ .

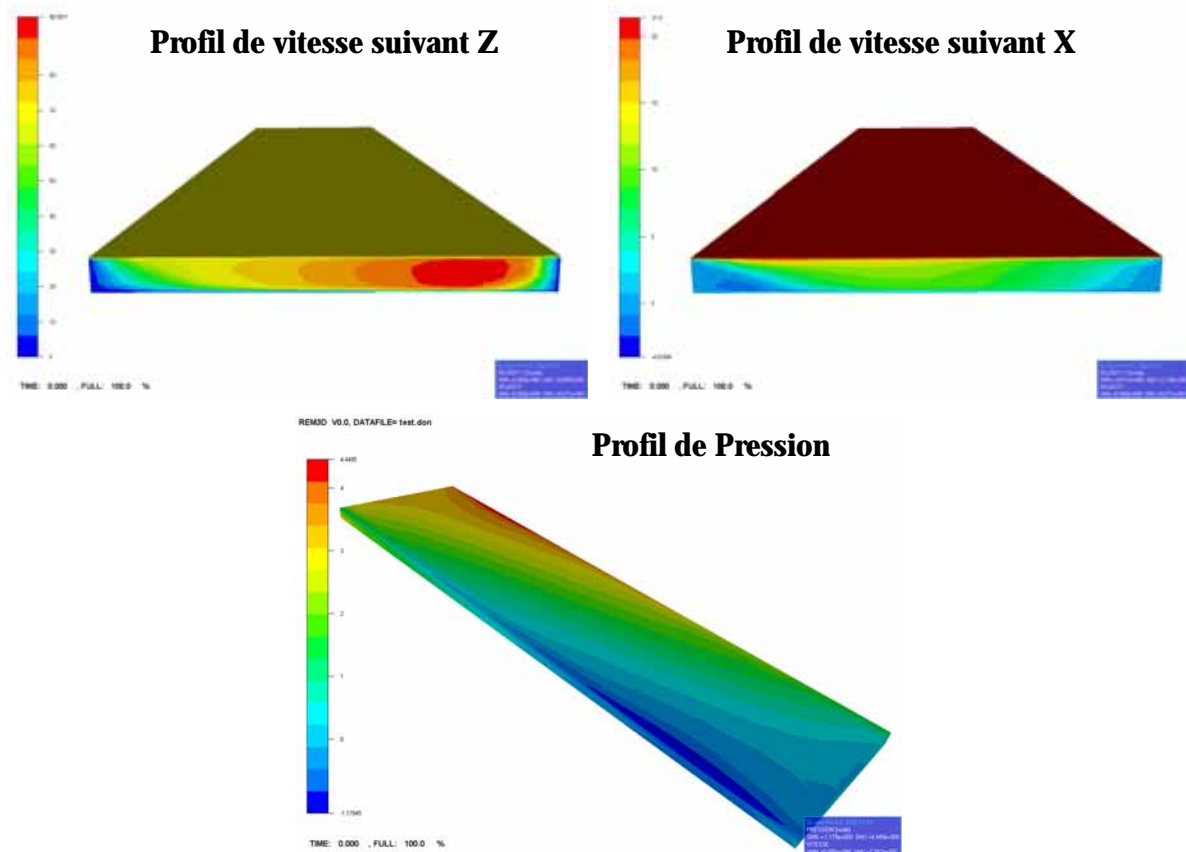


Figure III.90 : Exemple de résultats pour la vis 1 avec l'imposition du débit (15.44kg/h), d'une vitesse transverse (21.4 mm/s) et longitudinale (67.3 mm/s)

Nous pouvons tracer l'évolution de la pression le long du chenal suivant différents axes pour la vis 1 ($x=0$, $x=19.19$ et $x=38.38$) (Figure III.91). Les pressions sont affectées par les zones d'entrée et de sortie. En ne prenant pas en compte ces zones et en ne considérant qu'une tranche centrale de chenal, nous observons que le gradient de pression est indépendant de l'axe suivant lequel il est mesuré. Pour la vis 2 (Figure III.92), les zones d'entrée et de sortie sont beaucoup moins affectées, et le gradient est également identique quelle que soit sa localisation.

Nous pouvons donc, pour chacune des vis, à différentes vitesses de rotation, comparer le gradient de pression dans la zone de pompage, expérimental et simulé (Figure III.93). Nous voyons clairement que, désormais, quelle que soit la géométrie, nous surestimons les valeurs de pression (Figure III.94). De plus, il semble que la différence par rapport à l'expérience soit proche pour les deux vis.

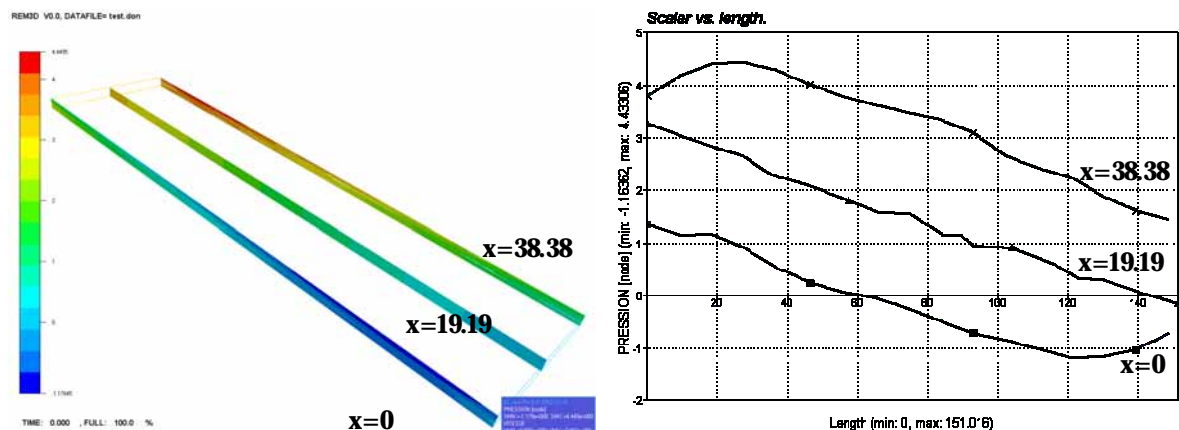


Figure III.91 : Profil de pression (MPa) suivant différents axes le long du canal de vis (mm), vis 1 débit 15.44kg/h

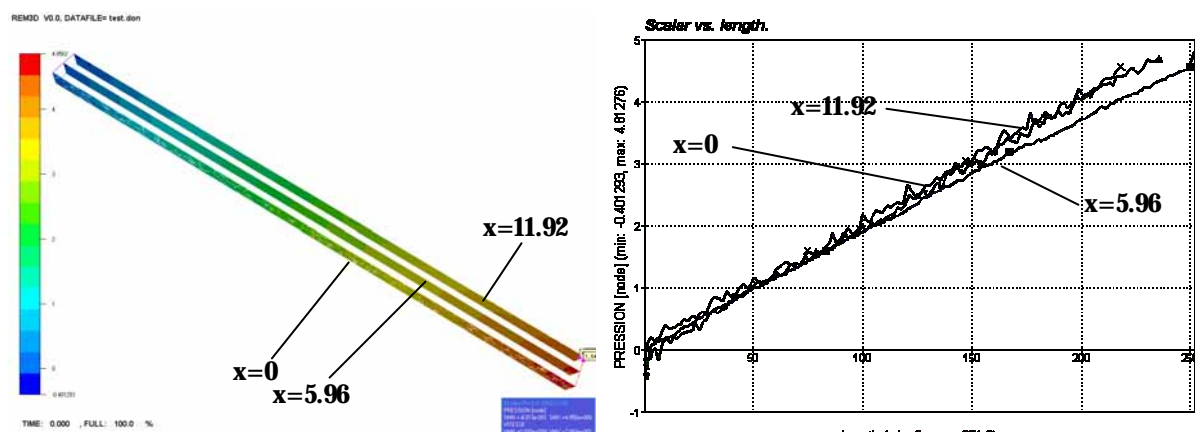
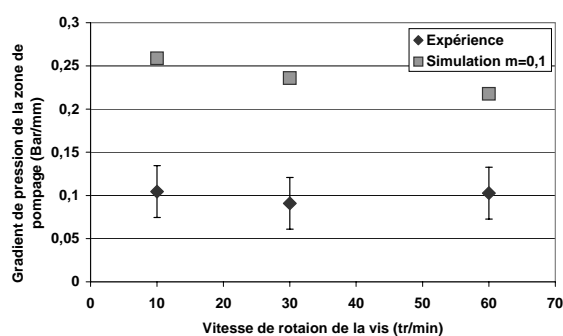
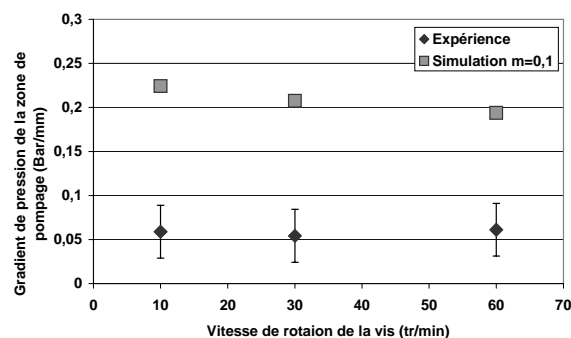


Figure III.92 : Profil de pression (MPa) suivant différents axes le long du canal de vis (mm), vis 2 débit 12.97kg/h



Vis 1



Vis 2

Figure III.93 : Comparaison des gradients de pression de la zone de pompage expérimentaux et simulés pour les vis 1 et 2 pour différentes vitesses de rotation

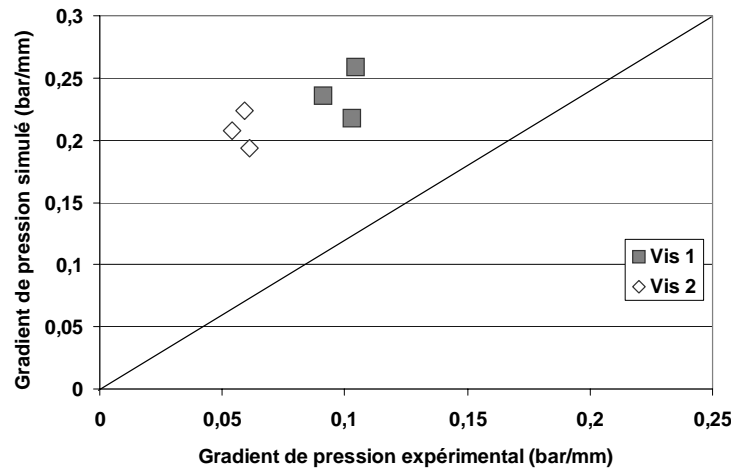


Figure III.94 : Pression expérimentale en fonction de la pression simulée

Comme précédemment, il est possible de recalculer les pressions expérimentales par un ajustement des débits pour les deux vis. La Figure III.95 présente ces résultats pour différentes vitesses de rotation de la vis. On constate que les résultats de la vis 1 sont satisfaisants. On note des écarts de l'ordre de 20% sur les valeurs des débits expérimentaux et théoriques. Par contre, il subsiste un écart significatif pour la vis 2.

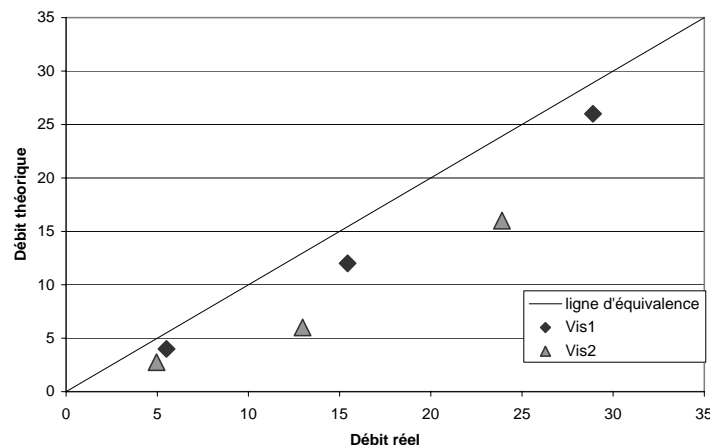


Figure III.95 : Débits théoriques en fonction des débits expérimentaux pour la vis 1 et la vis 2

II.4.3. Calcul en géométrie réelle

Il peut paraître saugrenu, de prime abord, d'effectuer des calculs dans une géométrie de chenal déroulé, alors que le code nous permet de nous mettre dans une géométrie réelle. Le but de cette première approche était de valider les résultats obtenus en deux dimensions. Nous pouvons désormais mailler des géométries réelles. La Figure III.96 pour la vis 1 et la Figure III.97 pour la vis 2 présentent les maillages utilisés. Un raffinement a été effectué dans l'épaisseur de façon à avoir au moins une quinzaine d'éléments. Un raffinement plus important n'a pu être effectué sur les bords contrairement aux géométries précédentes en raison des géométries plus complexes. Le maillage est donc moins précis.

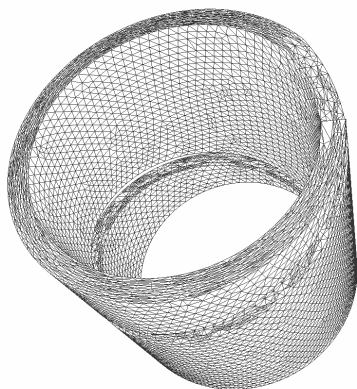


Figure III.96 : Maillage 3D d'un élément de la zone de pompage de la vis 1, 21974 nœuds

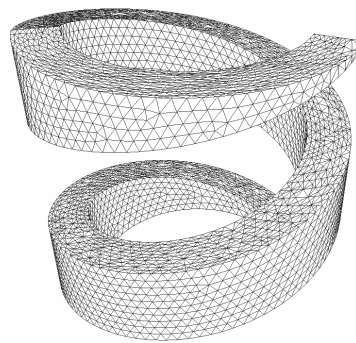


Figure III.97 : Maillage 3D d'un élément de la zone de pompage de la vis 2, 16858 nœuds

Les conditions limites sont imposées de la manière suivante : on impose un contact collant sur la totalité des parois, à l'exception de celle externe où l'on impose, comme le montre la Figure III.98, une vitesse tangente à la vis. De plus, comme dans les simulations précédentes, nous fonctionnerons en débit imposé. La matière entre et sort parallèlement à l'axe de révolution de l'élément.

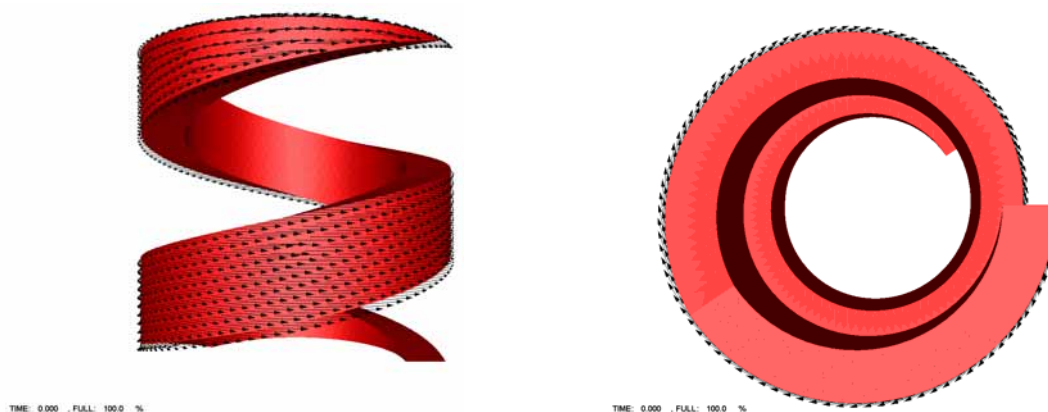
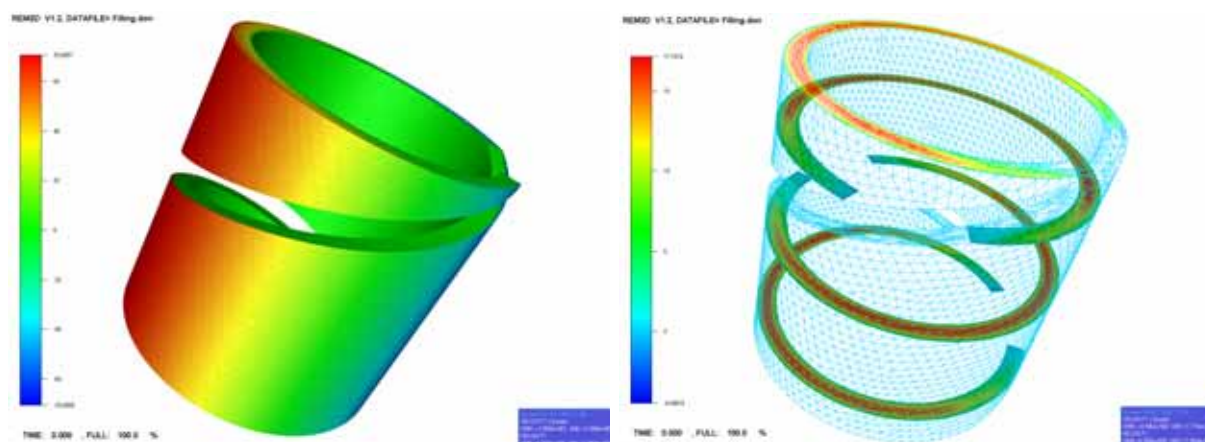


Figure III.98 : Imposition de la vitesse de rotation



Profil de vitesse suivant x ou y

Profil de vitesse suivant z (axe de révolution)

Figure III.99 : Exemples de résultats de profils de vitesse pour la vis 1, dans un élément de la zone de pompage pour une vitesse de rotation de 30 tr/min

La Figure III.99 décrit les profils de vitesse. Tout d'abord, suivant x ou y, nous visualisons simplement la vitesse de rotation que l'on impose (30 tr/min sur les parois externes et nulle sur les parois internes). Le profil de vitesse suivant z fait apparaître un profil de Poiseuille entre paroi externe et interne.

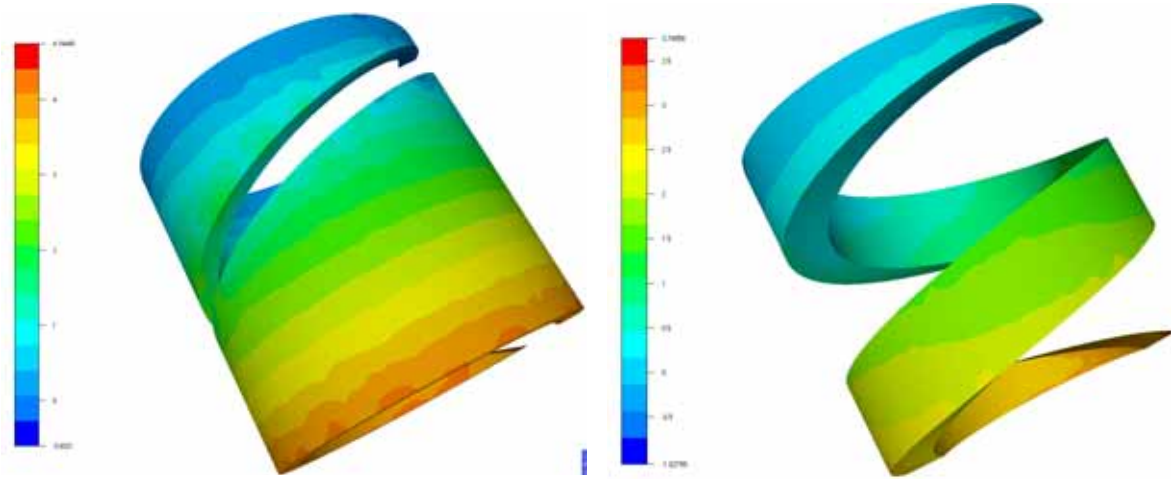


Figure III.100 : Exemples de résultats de pression pour les vis 1 et 2, dans un élément de la zone de pompage pour une vitesse de rotation de 30 tr/min

La Figure III.100 présente pour la vis 1 et la vis 2 les résultats de pression dans un élément de la zone de pompage pour une vitesse de rotation de 30 tr/min. Nous visualisons l'évolution de la pression qui s'effectue perpendiculairement à l'axe de révolution. Il est ici, dans une telle configuration plus délicat de déterminer un gradient de pression sur l'élément. Deux points distants axialement de 1D (45 mm) sont choisis sur la face externe, la différence de pression est évaluée. Puis le gradient est donné en rapportant cette valeur à une longueur déroulée.

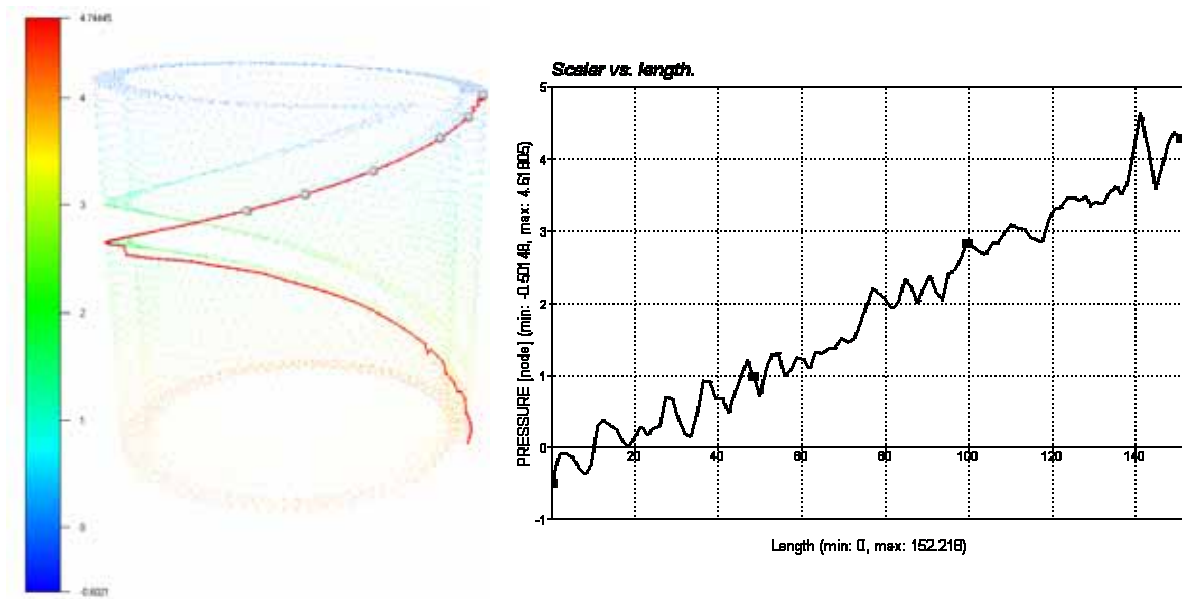


Figure III.101 : Profil de pression (MPa) le long du canal de vis 1 (mm) sur la paroi externe pour une vitesse de rotation de 30 tr/min,

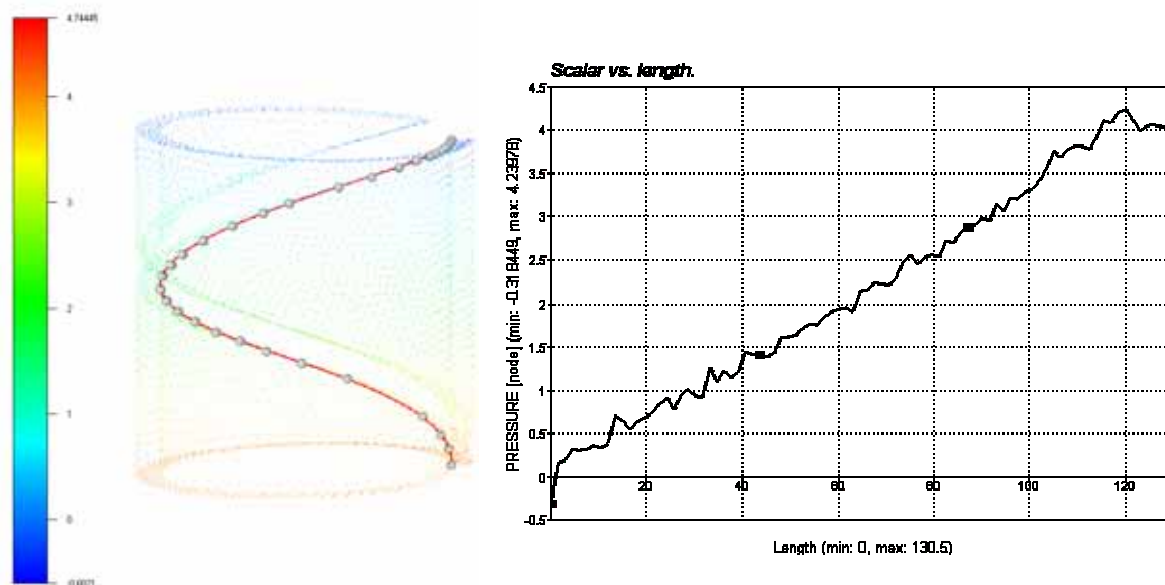


Figure III.102 : Profil de pression (MPa) le long du canal de vis 1 (mm) sur la paroi interne pour une vitesse de rotation de 30 tr/min

Nous voyons sur les Figure III.101 à Figure III.104 que cela correspond à effectuer le déroulement de l'hélice (nous retrouvons les longueurs déroulées des cas antérieurs). De plus, nous montrons bien que nous retrouvons comme précédemment un profil de pression linéaire sur le canal déroulé aussi bien sur les faces internes que sur les faces externes des vis 1 et 2.

En revanche les gradients de pression pour une vis donnée ne sont pas identiques suivant que l'on se place sur la face interne ou externe. A 30 tr/min nous avons pour la vis 1, 0.33 bar/mm pour la face interne et 0.26 sur la face externe. De même pour la vis 2 le gradient de pression est plus important sur la face interne, 0.19 bar/mm contre 0.13 bar/mm sur la face externe. Afin de pouvoir comparer nos résultats aux précédents, obtenus en effectuant le déroulement du canal par rapport aux diamètres extérieurs, nous utiliserons les gradients de pression de la face externe.

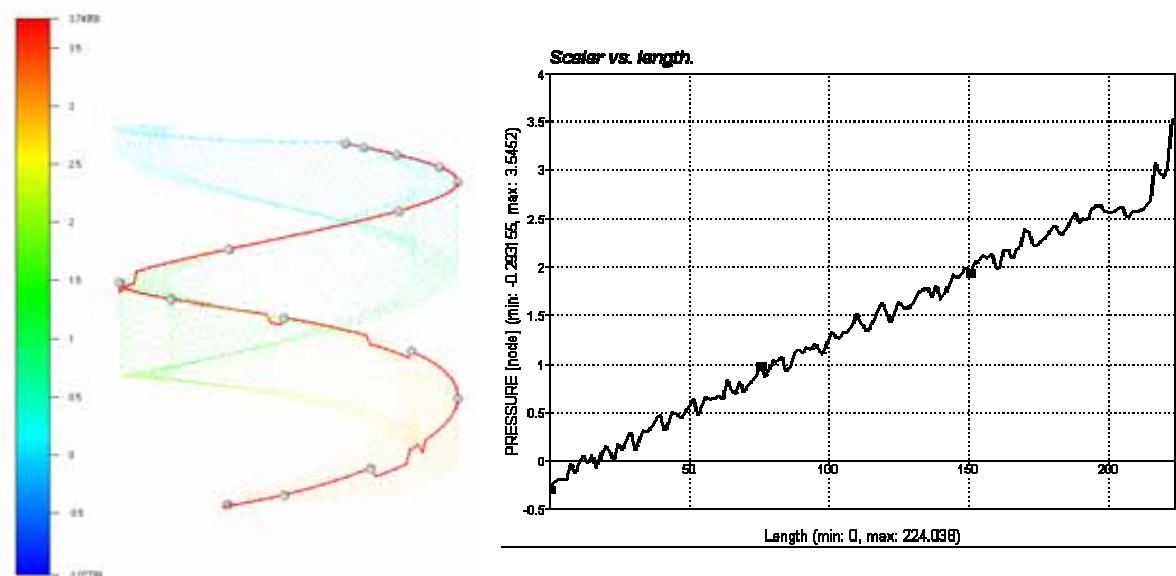


Figure III.103 : Profil de pression (MPa) le long du canal de vis 2 (mm) sur la paroi externe pour une vitesse de rotation de 30 tr/min

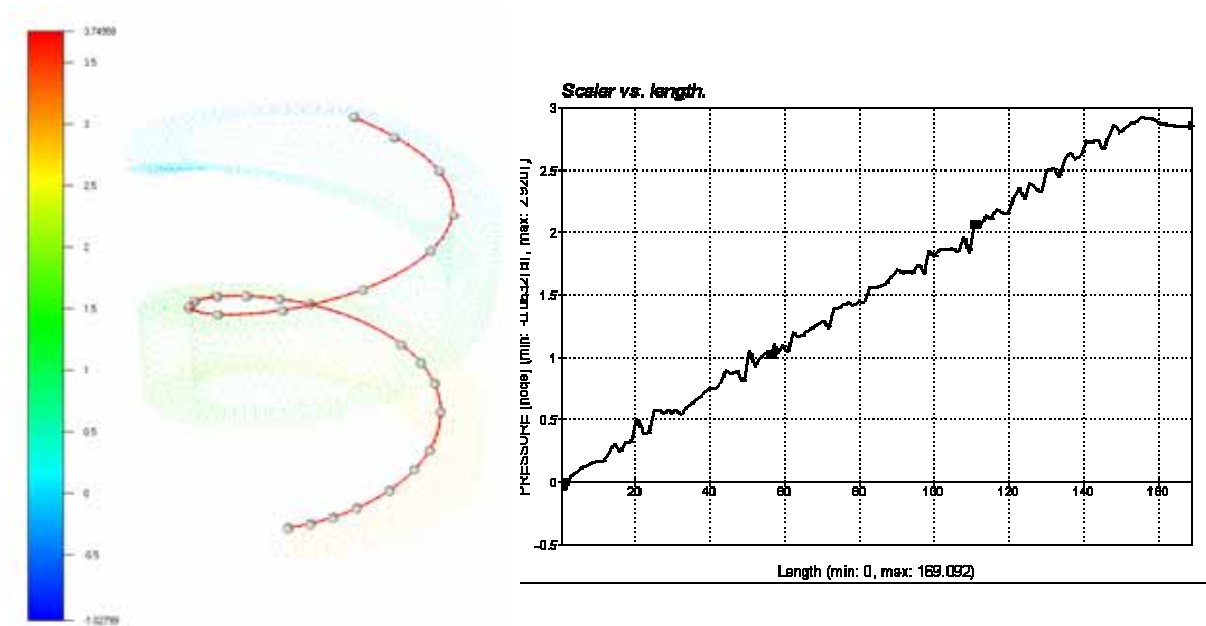


Figure III.104 : Profil de pression (MPa) le long du canal de vis 2 (mm) sur la paroi interne pour une vitesse de rotation de 30 tr/min

Nous calculons ainsi, pour plusieurs vitesses de rotation de la vis, les gradients de pression. Les résultats obtenus sont comparés aux valeurs expérimentales (Figure III.105). Là encore, nous ne retrouvons pas exactement les mêmes valeurs. Cependant, dans ces cas-ci aussi, les valeurs de pression sont pour les deux vis supérieures pour la simulation (Figure III.106). Une géométrie enroulée donne des résultats proche de ceux obtenu précédemment pour la vis 1, tandis qu'elle semble offrir de meilleurs résultats pour la vis 2.

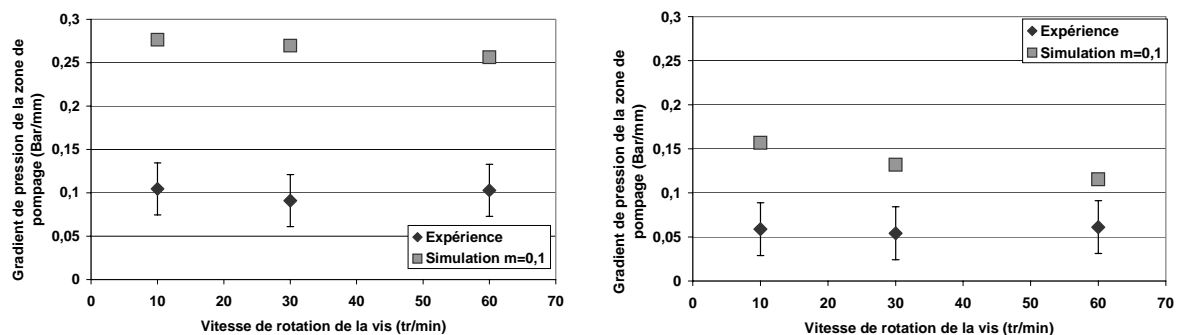


Figure III.105 : Comparaison des gradients de pression de la zone de pompage expérimentaux et simulés pour les vis 1 et 2 pour différentes vitesses de rotation

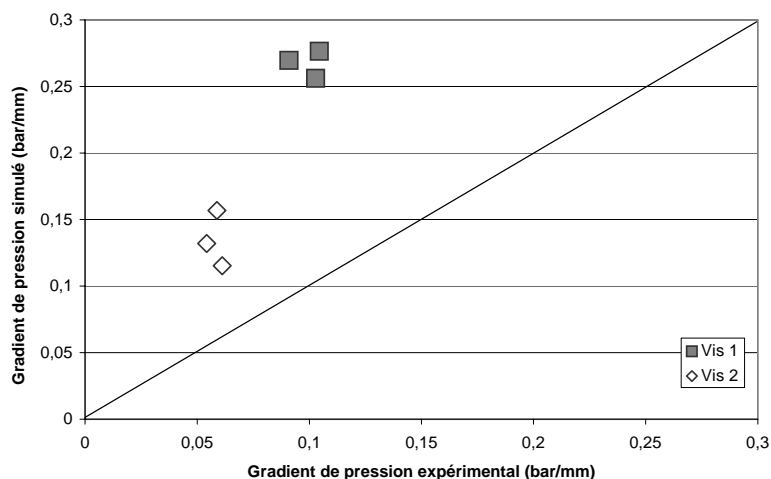


Figure III.106 : Pression expérimentale en fonction de la pression simulée

Enfin, nous pouvons également effectuer des calculs à pression imposée. Ainsi nous obtenons le débit nécessaire à l'obtention des gradients de pression expérimentaux. C'est ce que nous montre la Figure III.107, où les résultats semblent proches pour les deux vis et acceptables.

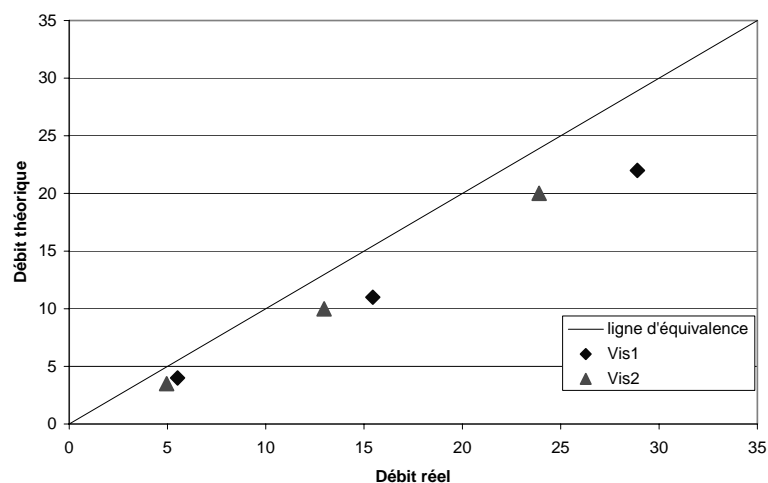


Figure III.107 : Débits théoriques en fonction des débits expérimentaux pour la vis 1 et la vis 2

II.4.4. Conclusion

Afin de comparer tous les résultats obtenus en simulation, nous traçons les figures suivantes (Figure III.108 et Figure III.109). Les valeurs de gradient de pression expérimentales sont comparées aux valeurs de simulation, en calcul 2D couplé, mais aussi 3D pour des géométries déroulées et enroulées, pour différentes vitesses de rotation de la vis.

Le calcul 3D apporte indéniablement de meilleurs résultats que le calcul 2D couplé. Les résultats des calculs REM3D vont quant à eux toujours dans le même sens, c'est-à-dire que les gradients de pression expérimentaux sont quels que soient les cas toujours inférieurs à ceux simulés.

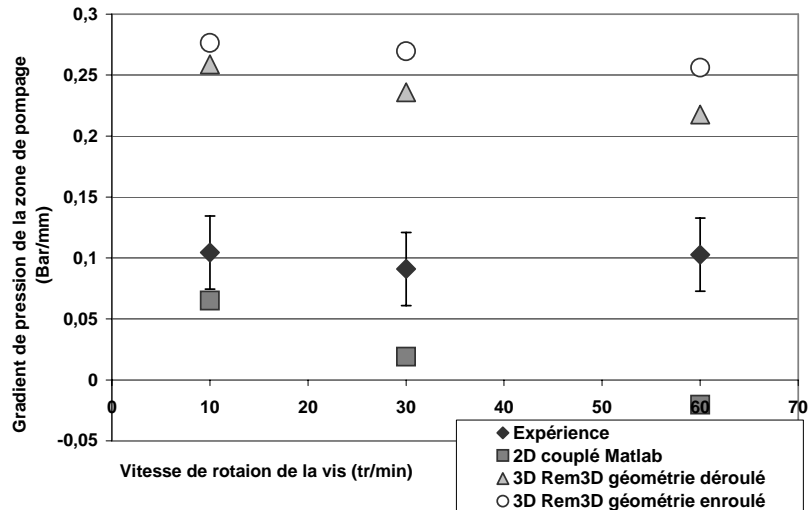


Figure III.108 : Comparaison des résultats expérimentaux et de simulation pour la Vis 1 à différentes vitesses de rotation de la vis

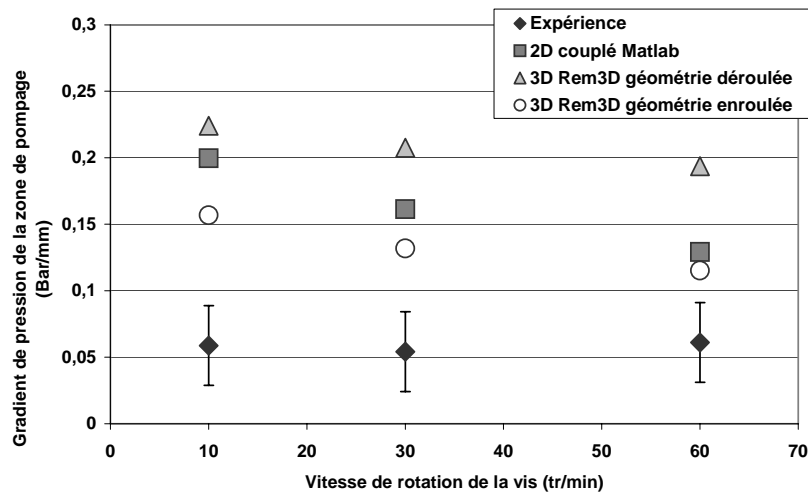


Figure III.109 : Comparaison des résultats expérimentaux et de simulation pour la Vis 2 à différentes vitesses de rotation de la vis

Lorsque nous comparons les résultats obtenus avec REM3D avec une géométrie enroulée et une géométrie déroulée, nous ne retrouvons pas exactement les mêmes résultats pour les deux vis. En effet pour la vis 1, les gradients de pression du calcul enroulé sont moins bons que ceux du calcul déroulé. Cependant les résultats sont très proches. Pour la vis 2, le calcul enroulé montre nettement de meilleurs résultats. Les maillages moins fins dans le cas des géométries enroulées peuvent expliquer certaines approximations. De plus, les hypothèses d'enroulement étant plus fortes sur la vis 2 que sur la vis 1, il nous semble cohérent de trouver des écarts de résultats plus forts lorsque que l'on enroule la vis 2 plutôt que la vis 1.

Nous avons ainsi, montré la supériorité du calcul 3D par rapport au calcul 2D. En effet, cela nous permet de lever les incompréhensions concernant des hypothèses géométriques ou de découplages. Nous avons ainsi pu, grâce à ce calcul, à la fois valider notre calcul 2D longitudinal, et montrer la non cohérence du calcul 2D couplé.

Nous avons également montré que suivant les géométries, un calcul 3D enroulé pouvait donner de meilleurs résultats. Cependant un travail plus important est nécessaire pour l'obtention de maillages plus fins.

Enfin nous avons montré qu'en effectuant un recalage des débits, nous étions à même de retrouver les gradients de pression expérimentaux. Et ce dans des proportions très raisonnables, puisque les débits sont diminués de quelques pourcents à 10 tr/min jusqu'à environ 20% à 60 tr/min.

II.5. Conclusion

Nous avons essayé dans un premier temps d'utiliser un modèle à une dimension. Après validation du comportement global du code, nous avons effectué des comparaisons à l'expérience. Celles-ci ne se sont pas avérées satisfaisantes. En effet, nous sommes dans l'incapacité de pouvoir prévoir, même qualitativement, les évolutions de pression. En effet comme nous l'avons vu, le débit de cisaillement maximum ne correspond pas entre simulation et expérience. Nous avons ainsi mis en évidence l'importance non négligeable des facteurs de forme, à cause d'un indice de pseudoplasticité très petit. Nous avons calculé ces facteurs de forme et tenté de les incorporer aux calculs monodimensionnels, mais sans succès. En effet, nous sommes obligés pour ce faire d'émettre des hypothèses qui sont trop fortes, et le calcul ne donne toujours pas satisfaction. Ainsi, même avec une correction des facteurs de forme, le modèle 1D ne permet pas de simuler le procédé. Il est donc nécessaire de se tourner vers un modèle à deux dimensions.

Dans la partie concernant la simulation en deux dimensions des écoulements dans un chenal de vis d'extrudeuse, nous avons mis en valeur différents points : nous avons tout d'abord effectué un calcul longitudinal et un calcul transversal séparés. Après validation de la simulation de ces deux écoulements, nous avons couplé ces deux calculs par l'intermédiaire du taux de cisaillement généralisé. Nous sommes ainsi à même de calculer les évolutions de pression sur toute la longueur d'un profil de vis simple. La comparaison à l'expérience n'est pas exacte, dans un cas nous surestimons, dans l'autre nous sous-estimons les valeurs de pression expérimentale. Afin de mieux comprendre, nous effectuons des comparaisons avec un calcul 3D dans une géométrie déroulée, et nous mettons en évidence la non véracité d'un découplage des écoulements transversaux et longitudinaux. A ce point, il nous semble donc nécessaire d'utiliser une technique 3D ne faisant plus intervenir d'approximation dans le calcul.

Le calcul REM3D nous permet de trouver des résultats cohérents pour les vis 1 et 2. En effet, avec le calcul tridimensionnel, nous surestimons dans tous les cas les valeurs de pression expérimentales. Nous avons montré qu'en effectuant un recalage des débits, nous étions à même de retrouver les gradients de pression expérimentaux. Nous pouvons interpréter la surestimation par trois raisons : la pertinence des expériences, la pertinence de la rhéologie et enfin la pertinence des calculs. Dans notre calcul, nous ne prenons pas en compte le fait que le matériau peut glisser. Les fuites entre l'arête de filet de vis et le fourreau ne sont pas non plus utilisées.

Bibliographie

- [1] J. F. Agassant, P. Avenas, J. P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, "La mise en forme de matières plastiques", Lavoisier Tec&Doc (1996)
- [2] E. B. Bagley, "End corrections in the capillary flow of polyethylene", J. Appl. Phys., 28, 624-627 (1957)
- [3] J. Baranger K. Najib, "Analyse numérique des écoulements quasi-newtoniens dont la viscosité obéit à la loi puissance ou la loi de Carreau", Numerische Mathematik, 35, 58 (1990)
- [4] S. Batkam, "Thermique multidomaines en simulation numérique du remplissage 3D", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2002)
- [5] N. Bennani, B. Vergnes, C. Guichard, "Extrusion du caoutchouc avec une vis à deux étages", Caoutch. Plast. 671, 103 (1987)
- [6] N. Bennani, "Etude expérimentale et théorique de l'extrusion des mélanges de caoutchoucs", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1987)
- [7] D. I. Bigio, J.D. Boyd, L. Erwin, D.W. Gailus, "Mixing studies in the single screw extruder", Polym. Eng. Sci., 25, 305-310 (1985)
- [8] E. Bigot, "Simulation tridimensionnelle du remplissage de corps mince par injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [9] M. F. Boube, A. Lamy, P. Olivier, "Caractérisation rhéologique appliquée à la modélisation de l'écoulement du caoutchouc lors de sa transformation", Cahiers Rhéol., 14, 97-106 (1995)
- [10] A. K. Bhowmick, M.M. Hall, H.A. Benarey, "Rubber products manufacturing technology", Marcel Dekker, New York, (1994).
- [11] F. Brezzi, M. Fortin, "Mixed and hybrid finite elements methods", Springer Verlag, New York (1991)
- [12] R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Experimental study of the flow characteristics of rubber compounds in extruder screws", Rubber Chem. Tech. 59, 634-650 (1986)
- [13] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, "Experimental and theoretical study of the flow characteristics of rubber compounds in an extruder screw", Inter. Polym. Proc. 3, 130-136 (1987)

- [14] J.C. Chauffoureaux, C. Dehennau, J. Van Rijckevorsel, "Flow and thermal stability of rigid PVC", *J. Rheo.*, 23, 1-24 (1979)
- [15] C.I. Chung, "On the scale up of plasticating extruder screws", *Polym. Eng. Sci.*, 9, 626-632 (1984)
- [16] J. Cizeron, P. Jay, N. El Kissi, J. M. Piau, "Simulation numérique de l'extrusion de fluides visqueux avec glissement à la paroi", *Cahiers Rhéol.*, 14, 555-565 (1995)
- [17] J. M. Dillon, "A simplified extrusion plastometer for unvulcanised rubber", *Rubber Chem. Tech.* 9, 496-501 (1936)
- [18] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, "Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel", *Rhéologie*, 2002
- [19] T. Dobbie, D. J. Fleming, J. Busby, "Wall slip : Measuring and flow modeling for processing" *Rapra Conference Proceedings*, Schrewsbury, Rapra Technology Ltd, Shawbury, Shrewsbury, UK, October, 11, 1-6 (1998)
- [20] D. Dospisil, P. Saha, J. Spacek, "Flow behaviour of rubber compounds in extruders", *Plast. Rubber Comp. Proc. Appl.*, 25, 406-410 (1996)
- [21] N. El Kissi, J. M. Piau, "Ecoulement de fluides polymères enchevêtrés dans un capillaire. Modélisation du glissement macroscopique à la paroi", *C.R. Acad. Sci. Paris serie 2*, 309, 7-9 (1989)
- [22] S. Ertong et P. Schümmer, "Rheological measurements of unvulcanized rubber compounds using a modified Weissenberg rheometer", *Xth International Congress on Rheology*, Sydney, 1988
- [23] M. Essegir, V. A. Sernas, *SPE ANTEC Techn. Paper*, 37, 54-57 (1991)
- [24] E. Felder, "Le contact Métal-Outil en Mise en Forme des Métaux, Frottement, Lubrification, Etat de Surface, Usure", Tome II, Séminaire Mai 1989, Sophia Antipolis France, (1989)
- [25] M. Fortin R. Glowinski, "Méthode de lagrangien augmenté : application à la résolution numérique de problèmes aux limites", collection Méthodes Mathématiques de l'informatique, Dunod (1982)
- [26] M. Fortin, A. Fortin "Experiments with several elements for viscous incompressible flows " *Int. J. Num. meth. in fluids*, 5, 911-928, (1985)
- [27] K. Funatsu, M. Sato, *Advances in Rheology*, UNAM Press, Mexico, 465 (1984)
- [28] W. Gleißle, Ph D. Thesis, TH Karlsruhe, Allemagne (1969)
- [29] K. Geiger, "Rheologische charakterisierung von EPDM-kautschukmischungen mittels Kapillarrheometer-systemen", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 42, 273-283 (1989)

- [30] J.F. Gobeau, "Etude expérimentale et simulation numérique 3D par éléments finis de l'écoulement dans les filières d'extrusion de profilés PVC", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1996)
- [31] S. d'Halewyn, "Etude de l'écoulement d'un mélange d'élastomère dans une filière de profilé", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1992)
- [32] T. J. R Hughes, W. K. Liu, A. Brooks, "Finite analysis of incompressible viscous flows by the penalty function formulation", J. Computational Physics, 30, 1-60 1979.
- [33] C. Jepsen, N. Rabiger, "Untersuchungen zum Wandgleitverhalten von kautschukmischungen an einem hochdruck Kapillar Viscosimeter", Kautschuk Gummi Kunsts., 41, 342-352 (1988)
- [34] Z. Ji, A. D. Gotsis, "Numerical study of slip at the walls in the extruder", Intern. Polym. Proc. 7, 132-139 (1992)
- [35] Y.M. Joshi, P.S. Tapadia, A.K. Lele, R.A. Mashelkar "Temperature dependance of critical stress for wall slip by debonding", J. Non Newt. Fluid Mech., 94, 151-157 (2000)
- [36] R. C. Kanu, M. T. Shaw, "Rheology of polymer blends : simultaneous slippage and entrance pressure loss in the ethylene propylene diene (EPDM)/viton system", Polym. Eng. Sci., 22, 507-511 (1982)
- [37] S. Karam, "Modélisation de l'injection des élastomères chargés : Approche expérimentale et théorique", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1995)
- [38] S. Karam, M. Vincent, Y. De Zelicourt, "Injection moulding of rubber compounds", Intern. Polym. Proc. 13, 209-217 (1998)
- [39] S. J. Kim, T. H. Kwon, "Development of numerical simulation methods and analysis of extrusion processes of particle filled plastic materials subject to slip at the wall", Powder Tech., 85, 227-239 (1995)
- [40] S. J. Kim, T. H. Kwon, "A simple approach to determining three dimensional screw characteristics in the metering zone of extrusion processes using a total shape factor", Polym. Eng. Sci., 35, 274-283 (1995)
- [41] W. Knappe, E. Krumböck, "Slip flow of non plasticized PVC compound", Rheol. Acta, 25, 296-307 (1986)
- [42] K. Kubota, R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Comparison of screw extrusion of rubber compounds with different extruder/screw combinations", Rubber Chem. Tech. 60, 924-944 (1987)
- [43] B. Lanteri, "Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère céramique destiné à l'injection", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, France (1993)

- [44] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion "Rheological behavior of polymer ceramic blend used for injection moulding", *J. Mat. Sci.* 31, 1751-1756 (1996)
- [45] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Single screw extrusion of viscoplastic fluids subject to different slip coefficient at screw and barrel surface", *Polym. Eng. Sci.*, 34, 1471-1479 (1994)
- [46] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Nonisothermal extrusion flow of viscoplastic fluids with wall slip", *Int. J. Heat Mass Transf.* 40, 3883-3897 (1997)
- [47] J.L. Leblanc, "Modern Approches to Rubber Processing Problems", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 43, 883 (1990)
- [48] J.L. Leblanc, "Pertinent rubber extrusion experiments with an instrumented extruder", *J. Elast. Plast.*, 22, 97-115 (1990)
- [49] J.L. Leblanc, "Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères", Ed Artel, Namur, Belgique, (1996)
- [50] J. P. Lehnen, "Die Vererbeitung von kaltgefütterten Kautschukmischungen auf einschnecken Extruden", *Kunststofftechnik*, 9, 197-204 (1970)
- [51] C.-Y. Ma, J.L. White, F. C. Weissert, A. I. Isayev, N. Nakajima, K. Min, "Flow patterns in elastomers and their carbon black compounds during extrusion through dies", *Rubber Chem. Tech.*, 58, 815-829 (1985)
- [52] W. C. Mac Sporrán, "Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry", *J. Rheol.* 30, 125-132 (1986)
- [53] A. Magnin, J.M. Piau, "Cone and plate rheometry of yield stress fluids : study of an aqueous gel", *J. Non Newt. Fluid Mech.*, 36, 85-108 (1990)
- [54] M. G. Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, J. G. Matisons, N. K. Dutta, K. Bhattacharya, "Rheological behavior of highly filled ethlene propylene diene rubber compounds", *Polym. Eng. Sci.*, 40, 1065-1073 (2000)
- [55] B. Marzetti, "Plastimeter for crude rubber", *India Rubber World*, 68, 776 (1923)
- [56] H. E. H. Meijer, C.P.J.M. Verbraak, "Modeling of extrusion with slip boundary conditions", *Polym. Eng. Sci.* 28, 758-772 (1998)
- [57] G. Menges, J. P. Lehnen, "Gummiverarbeitung auf einschnecken Extrudern", *Plastverarbeiter* 20, 31-39 (1969)
- [58] A. Mezry, "Loi de glissement de caoutchoucs crus" Thèse 'génie des procédés' INPG, Grenoble (1995)
- [59] S. Middleman, "Flow of power law fluids in rectangular ducts", *Trans. Soc. Rheol.* 9, 83-93, (1965)

- [60] K. Min, J. L. White, "Flow visualisation investigations of the addition of carbon black and oil to elastomers in an internal mixer", *Rubb. Chem. Tech.*, 60, 361-380 (1987)
- [61] S. Montes, J. L. White, N. Nakajima, "Rheological behavior of rubber carbon black compounds in various shear histories", *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 28, 183-212, (1988)
- [62] M. Mooney, "Explicit formulas for slip and fluidity", *J. Rheol.*, 2, 210-222 (1931)
- [63] M. Mooney, "A shearing disk plastometer for unvulcanized rubber", *Ind. Ing. Chem. Anal. Ed.*, 6, 147-151 (1934)
- [64] M. Mooney, "The rhéology of raw rubber", *Physics*, 7, 413-420 (1936)
- [65] M. Mooney, "The rheology of processing quality of raw rubbers", *J. Coll. Sci.* 7, 69-80 (1947)
- [66] M. Mooney, "Measurement of flow and slip velocity with the shearing disk viscometer", *Proc. Int. Rubber Conf.*, Washington, 368 (1959)
- [67] P. Mourniac, J. F. Agassant, B. Vergnes, "Determination of the wall slip velocity in the flow of a SBR compound", *Rheol. Acta*, 31, 565-574 (1992)
- [68] P. Mourniac, "Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1991)
- [69] T. C. Papanastasion, "Flows of materials with yield", *J. Rheol.*, 31, 385-404 (1987)
- [70] E. Pichelin, "Calcul par éléments finis du remplissage 3D pour fluides viscoélastique : application à l'injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1998)
- [71] C. H. Piper, J. R. Scott, "Rubber plastimeter with uniform rate of shear, shearing-conplastimeter", *J. Sci. Instrum.*, 22, 206-210 (1945)
- [72] O. Pironneau, "Méthodes des éléments finis pour les fluides", collection Recherches en mathématiques appliquées, Masson, paris (1993)
- [73] H. Potente, H. Lappe, A. Fornefeld, "Verweilzeit bei Einschnucken-extrudern: Wie sich der messtechnische Aufwand in Grenzen hält. "Plastverarbeiter" 35, 31-33, (1984)
- [74] H. Potente, V. Schöppner, A. Ujma, "Successful simulation of wall slipping plastics", *J. Polym. Eng.*, 17, 153-170 (1997)
- [75] H. Potente, H. Ridder, "Description of the pressure/throughput behavior of a single screw plasticising unit in consideration of wall slippage effects", *PPS-17 Proceedings*, Montreal, Canada (2001)

- [76] H. Potente, M. Kurte, H. Ridder, "Influence of non newtonian behaviour on the processing characteristics at wall slipping materials", PPS-18 Proceedings, Guimaares, Portugal (2002)
- [77] C. Rauwendaal, "Polymer extrusion", Hanser, Munich (1985)
- [78] L. Robert, "Instabilité oscillante de polyéthylènes linéaires : observations et interprétations", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [79] J. Salençon, "Mécanique des milieux continus ", Ellipses, Paris (1988)
- [80] G. Schenkel, "Zur Extrusion von Kunststoffen aus rechteck Kanälen", Kunststoffe, 71, 479-484 (1981)
- [81] M. Sobhanie, A. I. Isayev, "Viscoelastic simulation of flow of rubber compounds", Rubber. Chem. Tech., 62, 939-956 (1988)
- [82] E. Tadmor, I. Klein, "Engineering Principles of plasticating Extrusion", Van Nostrand Reinhold, New York (1970)
- [83] F. Thomasset, "Implémentation of finite element method for Navier Stokes equations ", Springer series in computationnal physics, Springer Verlag, New-York, 148-159 (1981)
- [84] D. M. Turner, M. D. Moore, "The contribution of wall slip in the flow of rubber", Plast. Rubber Proc., 5, 81-84 (1980)
- [85] E. Uhland, "Modell zur beschreibung des Fließens wandgleitender Substanzen durch dusen", Rheol. Acta, 15, 30-39 (1976)
- [86] E. Uhland, "Das anomale Fliesverhalten von Polyäthylen hoher Dichte", Rheol. Acta, 18, 1-24 (1979)
- [87] B. Vergnes, N. Bennani, C. Guichard, "Experimental and theoretical approach to the extrusion of rubber compounds with a two stage screw", Inter. Polymer Processing 1, 19-24 (1986)
- [88] B. Vergnes, S. d'Halewyn, M. F. Boube, "Wall slip and instabilities in the flow of EPDM compounds", "theoretical and applied rheology", P. Moldenaers and R. Keunings Eds., Elsevier, Amsterdam, 1, 399-401 (1992)
- [89] S. Wiegrefe, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von EPDM und SBR", Kautschuk Gummi Kunst., 44, 216-221 (1991)
- [90] J.P. Villemaire, "Etude d'un rhéomètre à pré-cisaillement : le Rhéoplast. Application à la mesure du comportement visqueux", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1993)
- [91] R. A. Weiss H. Stamato, "Development of an Ionomer Tracer for Extruder Residence Time Distribution Experiments", Polym. Eng. Sci., 29, 134-139 (1989)

- [92] J.L. White, K. Min, C.Y. Ma, R. Brzoskowski, "Basic studies of flow visualisation of processing of elastomers and their compounds : internal mixer and extrusion", J. Polym. Eng., 6, 79-93 (1986)
- [93] J.L. White, D. Huang, "Extrudate swell and extrusion pressure loss of polymer melt flowing through rectangular and trapezoidale dies", Polym. Eng. Sci., 21, 1101-1107 (1981)
- [94] J.L. White, "Rubber Processing, Technology, Materials, Principles", Hanser, Munich (1995)
- [95] J.L. White, H. Han, N. Nakajima, R Brzoskowski, "The influence of materials of construction on biconical rotor and capillary measurements of shear viscosity of rubber and its compounds and considerations of slippage", J. Rheol, 35, 167-189 (1991)
- [96] J.L. White, Y. Wang, A. I. Isayev, N. Nakajima, F. C. Weissert, K. Min, "Modeling of shear viscosity behavior and extrusion through dies for rubber compond", Rubber Chem. Techn. 60, 337-360 (1987)
- [97] W. E Wolstenholme, "Polymer flow behavior from multispeed viscometry", Rubber Chem. Tech., 38, 769-781 (1965)
- [98] A.C-Y Wong J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Dynamic performance of single screw of different configurations", Intern. Polym. Proc., 14, 35-43 (1999)
- [99] A.C-Y Wong, J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Visualization studies on the comparison of mixing characteristics of single screws having different mixing elements", Adv. Polym. Tech., 19, 1-13 (2000)
- [100] Institut national de formation et d'enseignement professionnel du caoutchouc "Synthèse, propriétés et technologie des élastomères", IFOCA, Paris (1984)

CONCLUSION GENERALE

La compréhension et la modélisation des phénomènes physiques qui sont mis en jeu au cours du procédé d'extrusion monovis de mélange d'élastomère ont constitué l'objectif de ce travail de recherche.

La connaissance du comportement rhéologique des produits est capitale, aussi bien pour la simulation numérique que pour la compréhension des phénomènes mis en jeu lors de l'extrusion de mélanges d'élastomère. Ainsi, après formulation avec Hutchinson d'un mélange clair (A) celui-ci a fait l'objet de plusieurs campagnes d'essais rhéologiques (capillaire et plan-plan). Le même mélange a été ensuite rendu plus glissant par l'ajout de stéarate de zinc (B). Nous avons pu montrer que la rhéologie de volume était la même que celle du mélange précédent et proposer différentes lois de glissement dépendant de la géométrie, par l'intermédiaire des dépouillements classiques de la littérature. De plus, nous avons montré que les deux mélanges avaient un comportement identique, du type Branche I-Branche II. Les vitesses de glissement sont faibles en branche I et élevées en branche II. Enfin, nous avons mis en évidence que si les deux mélanges présentent un glissement à la paroi, celui du mélange B était nettement plus marqué que celui du mélange A. Nous avons donc établi les lois de comportement des deux produits que nous allons utiliser aussi bien pour l'étude expérimentale que pour la modélisation du procédé d'extrusion. Il est important de préciser que nous obtenons des valeurs faibles du coefficient de pseudo plasticité, ce qui, comme nous allons le voir par la suite, n'est pas sans conséquence.

Une étude expérimentale systématique du procédé d'extrusion a été entreprise, d'abord sur le premier mélange (A).

Sur une extrudeuse TROESTER, dont dispose Hutchinson au CDR, nous avons étudié 5 vis différentes (représentatives des vis utilisées en production) et, pour chacune d'elles, des informations ont été obtenues par le relevé de paramètres tels que la pression, la température, le débit, le taux de remplissage (démontage)... Ainsi, à partir des résultats expérimentaux et de leur interprétation, nous avons pu comparer les performances des différentes géométries.

Le même type de travail a été ensuite effectué au CEMEF, sur une extrudeuse COLLIN mise à notre disposition. Nous avons disposé, dans un premier temps, pour cette machine de deux vis relativement simples, de type vis pour thermoplastiques. Ces deux profils, bien différents l'un par rapport à l'autre, nous ont permis de bien comprendre le fonctionnement d'une extrudeuse à caoutchouc, son alimentation, son mode de régulation thermique... De plus, ces expériences sur des géométries peu complexes devaient nous permettre de valider notre outil de simulation numérique.

Afin d'évoluer par étape vers des profils plus réalistes, nous avons imaginé une vis modulaire, composée de différents éléments interchangeables, sur le principe des extrudeuses bi-vis. Grâce à ce système, nous avons comparé entre elles les deux vis simples et deux profils de vis que nous avons réalisés, très proches des profils industriels (Troester) testés précédemment. Nous avons pu également comparer des profils identiques montés sur une machine de laboratoire et sur une extrudeuse industrielle. L'extrapolation entre les deux machines semble réalisable de façon qualitative et quantitative.

Sur différents profils de vis, nous avons comparé les deux mélanges. Il en ressort un point très intéressant : le phénomène de glissement à la paroi, que nous identifions parfaitement dans un capillaire, ne se manifeste pas dans le procédé d'extrusion. Le niveau de cisaillement nous cantonne à la branche I, où le glissement est limité dans les conditions où nous avons travaillé.

Il serait très intéressant dans la suite d'utiliser au mieux la vis modulaire, afin de tester le rôle précis de chacun des éléments (convoyage, mélange, mise en pression...), dans le but de mieux comprendre l'ensemble des phénomènes qui prennent place dans l'extrudeuse et d'aller vers l'optimisation de profils de vis. Nous disposons pour cela d'un outil expérimental inédit et de produits bien maîtrisés.

En parallèle de l'étude expérimentale s'est déroulée une approche de modélisation. Dans un premier temps, nous avons tenté d'adapter les modèles analytiques développés dans le cadre de l'extrusion des polymères thermoplastiques (CEMEXTRUD). Cependant, nous avons mis en évidence la grande importance des facteurs de forme (prise en compte des parois latérales du chenal de vis), liée au caractère très pseudoplastique du produit utilisé ($m=0.1$). En conséquence, le modèle 1D est inutilisable. Extruder[®], un logiciel 1D du commerce basé sur le même principe que Cemextrud, a également été évalué et ne donne pas plus de satisfaction.

On s'est alors dirigé vers un calcul en deux dimensions (dans la section du chenal) par éléments finis. Ce calcul intègre différents couplages qui ont été réalisés et validés au fur et à mesure. Le programme est écrit sous Matlab.

On effectue tout d'abord un calcul longitudinal (résolution en z) dans le chenal déroulé de la vis (divisé en tranches) pour un polymère newtonien, puis en loi puissance. Un profil de pression le long de la vis est ainsi obtenu. De manière à prendre en compte la recirculation du produit, un calcul transversal est également réalisé (résolution en x,y). La validation se fait par comparaison avec des calculs Forge2[®] et REM3D[®], également en comportement newtonien puis en loi puissance.

Ces deux calculs sont ensuite couplés par l'intermédiaire du taux de cisaillement généralisé. C'est une technique classique en modélisation d'extrusion de produits thermoplastiques : le taux de cisaillement du calcul longitudinal est pris en compte dans le calcul transverse, et ainsi de suite. On itère jusqu'à convergence.

La comparaison à l'expérience montre un certain nombre de désaccords. La comparaison entre un vrai calcul 3D et le calcul à deux dimensions couplé montre un écart grandissant lorsque le coefficient de pseudoplasticité diminue. Comme pour l'approche 1D, le couplage longitudinal/transversal est pris en défaut pour des caoutchoucs avec un indice de pseudo plasticité très faible.

L'avenir semble donc passer par un vrai calcul tridimensionnel. Nous avons déjà, dans un premier temps, montré la faisabilité en simulant de petits tronçons de vis. Un réel travail de programmation est encore nécessaire afin de rendre possible la simulation 3D de l'extrusion.

BIBLIOGRAPHIE

-
- [1] J. F. Agassant, P. Avenas, J. P. Sergent, B. Vergnes, M. Vincent, "La mise en forme de matières plastiques", Lavoisier Tec&Doc (1996)
- [2] E. B. Bagley, "End corrections in the capillary flow of polyethylene", J. Appl. Phys., 28, 624-627 (1957)
- [3] J. Baranger K. Najib, "Analyse numérique des écoulements quasi-newtoniens dont la viscosité obéit à la loi puissance ou la loi de carreau", Numerische Mathematik, 35, 58 (1990)
- [4] S. Batkam, "Thermique multidomaines en simulation numérique du remplissage 3D", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2002)
- [5] N. Bennani, B. Vergnes, C. Guichard, "Extrusion du caoutchouc avec une vis à deux étages", Caoutch. Plast. 671, 103, (1987)
- [6] N. Bennani, "Etude expérimentale et théorique de l'extrusion des mélanges de caoutchoucs", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1987)
- [7] D. I. Bigio, J.D. Boyd, L. Erwin, D.W. Gailus, "Mixing studies in the single screw extruder", Polym. Eng. Sci., 25, 305-310 (1985)
- [8] E. Bigot, "Simulation tridimensionnelle du remplissage de corps mince par injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [9] M.F. Boube, A. Lamy, P. Olivier, "Caractérisation rhéologique appliquée à la modélisation de l'écoulement du caoutchouc lors de sa transformation", Cahiers Rhéol., 14, 97-106 (1995)
- [10] A.K.Bhowmick, M.M. Hall, H.A. Benarey, "Rubber products manufacturing technology", Marcel Dekker, New york, (1994).
- [11] F. Bezzi, M. Fortin, "Mixed and hybrid finite elements methods", springer Verlag, New York, (1991)
- [12] R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Experimental study of the flow characteristics of rubber compounds in extruder screws", Rubber Chem. Tech. 59, 634-650 (1986)
- [13] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, "Experimental and theoretical study of the flow characteristics of rubber compounds in a extruder screw", Inter. Polym. Proc. 3, 130-136 (1987)
- [14] J.C. Chauffoureaux, C. Dehennau, J. Van Rijckevorsel, "Flow and thermal stability of rigid PVC", J. Rheo., 23, 1-24 (1979)
- [15] C.I. Chung, "On the scale up of plasticating extruder screws", Polym. Eng. Sci., 9, 626-632 (1984)
-

- [16] J. Cizeron, P. Jay, N. El Kissi, J. M. Piau, "Simulation numérique de l'extrusion de fluides visqueux avec glissement à la paroi", *Cahiers Rhéol.*, 14, 555-565 (1995)
- [17] J. M. Dillon, "A simplified extrusion plastometer for unvulcanised rubber", *Rubber Chem. Tech.* 9, 496-501 (1936)
- [18] F. Dimier, B. Vergnes, M. Vincent, "Le glissement à la paroi d'un mélange de caoutchouc naturel", *Rhéologie*, 1, 35-39 (2002)
- [19] T. Dobbie, D. J. Fleming, J. Busby, "Wall slip : Measuring and flow modeling for processing" *Rapra Conference Proceedings*, Schremsbury, Rapra Technology Ltd, Shawbury, Shrewsbury, UK, October, 11, 1-6 (1998)
- [20] D. Dospisil, P. Saha, J. Spacek, "Flow behaviour of rubber compounds in extruders", *Plast. Rubber Comp. Proc. Appl.*, 25, 406-410 (1996)
- [21] N. El Kissi, J. M. Piau, "Ecoulement de fluides polymères enchevêtrés dans un capillaire. Modélisation du glissement macroscopique à la paroi", *C.R. Acad. Sci. Paris serie 2*, 309, 7-9 (1989)
- [22] S. Ertong et P. Schümmer, "Rheological measurements of unvulcanized rubber compounds using a modified weissenberg rheometer", *Xth International Congress on Rheology*, Sydney, 1988
- [23] M. Essegir, V. A. Sernas, *SPE ANTEC Techn. Paper*, 37, 54-57 (1991)
- [24] E. Felder, "Le contact Métal-Outil en Mise en Forme des Métaux, Frottement, Lubrification, Etat de Surface, Usure", *Tome II, Séminaire Mai 1989*, Sophia Antipolis France, (1989)
- [25] M. Fortin R. Glowinski, "Méthode de lagrangien augmenté : application à la résolution numérique de problèmes aux limites", *collection Méthodes Mathématiques de l'informatique*, Dunod (1982)
- [26] M. Fortin, A. Fortin "Experiments with several elements for viscous incompressible flows " *Int. J. Num. meth. in fluids*, 5, 911-928, (1985)
- [27] K. Funatsu, M. Sato, *Advances in Rheology*, UNAM Press, Mexico, 465 (1984)
- [28] W. Gleißle, *Ph D. Thesis*, TH Karlsruhe, Allemagne (1969)
- [29] K. Geiger, "Rheologische charakterisierung von EPDM-kautschukmischungen mittels kapillarrheometer-systemen", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 42, 273-283 (1989)
- [30] J.F. Gobeau, "Etude expérimentale et simulation numérique 3D par éléments finis de l'écoulement dans les filières d'extrusion de profilés PVC", *Thèse 'Sciences et génie des matériaux'*, ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1996)

-
- [31] S. d'Halewyn, "Etude de l'écoulement d'un mélange d'élastomère dans une filière de profilé", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1992)
- [32] T. J. R Hughes, W. K. Liu, A. Brooks, "Finite analysis of incompressible viscous flows by the penalty function formulation", *J. computational Physics*, 30, 1-60 1979.
- [33] C. Jepsen, N. Rabiger, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von kautschukmischungen an einem hochdruck kapillar viscosimeter", *Kautschuk Gummi Kunsts.*, 41, 342-352 (1988)
- [34] Z. Ji, A. D. Gotsis, "Numerical study of slip at the walls in the extruder", *Intern. Polym. Proc.* 7, 132-139 (1992)
- [35] Y.M. Joshi, P.S. Tapadia, A.K. Lele, R.A. Mashelkar "Temperature dependence of critical stress for wall slip by debonding", *J. Non Newt. Fluid Mech.*, 94, 151-157 (2000)
- [36] R. C. Kanu, M. T. Shaw, "Rheology of polymer blends : simultaneous slippage and entrance pressure loss in the ethylene propylene diene (EPDM)/viton system", *Polym. Eng. Sci.*, 22, 507-511 (1982)
- [37] S. Karam, "Modélisation de l'injection des élastomères chargés : Approche expérimentale et théorique", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1995)
- [38] S. Karam, M. Vincent, Y. De Zelicourt, "Injection moulding of rubber compounds", *Intern. Polym. Proc.* 13, 209-217 (1998)
- [39] S. J. Kim, T. H. Kwon, "Development of numerical simulation methods and analysis of extrusion processes of particle filled plastic materials subject to slip at the wall", *Powder Tech.*, 85, 227-239 (1995)
- [40] S. J. Kim, T. H. Kwon, "A simple approach to determining three dimensional screw characteristics in the metering zone of extrusion processes using a total shape factor", *Polym. Eng. Sci.*, 35, 274-283 (1995)
- [41] W. Knappe, E. Krumböck, "Slip flow of non plasticized PVC compound", *Rheol. Acta*, 25, 296-307 (1986)
- [42] K. Kubota, R. Brzoskowski, J.L. White, F.C. Weissert, N. Nakajima, K. Min, "Comparison of screw extrusion of rubber compounds with different extruder/screw combinations", *Rubber Chem. Tech.* 60, 924-944 (1987)
- [43] B. Lanteri, "Etude du comportement rhéologique d'un mélange polymère céramique destiné à l'injection", Thèse 'Sciences et génie des matériaux', ENSMP, France (1993)
- [44] B. Lanteri, H. Burlet, A. Poitou, I. Campion "Rheological behavior of polymer ceramic blend used for injection moulding", *J. Mat. Sci.* 31, 1751-1756 (1996)

- [45] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Single screw extrusion of viscoplastic fluids subject to different slip coefficient at screw and barrel surface", *Polym. Eng. Sci.*, 34, 1471-1479 (1994)
- [46] A. Lawal, D. M. Kalyon, "Nonisothermal extrusion flow of viscoplastic fluids with wall slip", *Int. J. Heat Mass Transf.* 40, 3883-3897 (1997)
- [47] J.L. Leblanc, "Modern Approches to Rubber Processing Problems", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 43, 883 (1990)
- [48] J.L. Leblanc, "Pertinent rubber extrusion experiments with an instrumented extruder", *J. Elast. Plast.*, 22, 97-115 (1990)
- [49] J.L. Leblanc, "Rhéologie des élastomères et mise en œuvre des polymères", Ed Artel, Namur, Belgique, (1996)
- [50] J. P. Lehnen, "Die vererbeitung von kaltgefutterten kautschukmischungen auf einschnecken extrudern", *Kunststofftechnik*, 9, 197-204 (1970)
- [51] C.-Y. Ma, J.L. White, F. C. Weissert, A. I. Isayev, N. Nakajima, K. Min, "Flow patterns in elastomers and their carbon black compounds during extrusion through dies", *Rubber Chem. Tech.*, 58, 815-829 (1985)
- [52] W. C. Mac Sporrán, "Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry", *J. Rheol.* 30, 125-132 (1986)
- [53] A. Magnin, J.M. Piau, "Cone and plate rheometry of yield stress fluids : study of an aqueous gel" *J. Non Newt. Fluid Mech.*, 36, 85-108 (1990)
- [54] M. G. Markovic, N. R. Choudhury, M. Dimopoulos, J. G. Matison, N. K. Dutta, K. Bhattacharya, "Rheological behavior of highly filled ethylene propylene diene rubber compounds", *Polym. Eng. Sci.*, 40, 1065-1073 (2000)
- [55] B. Marzetti, "Plastimeter for crude rubber", *India Rubber World*, 68, 776 (1923)
- [56] H. E. H. Meijer, C.P.J.M. Verbraak, "Modeling of extrusion with slip boundary conditions", *Polym. Eng. Sci.* 28, 758-772 (1998)
- [57] G. Menges, J. P. Lehnen, "Gummiverarbeitung auf einschnecken extrudern", *Plastverarbeiter* 20, 31-39 (1969)
- [58] A. Mezry, "Loi de glissement de caoutchoucs crus" Thèse 'génie des procédés' INPG, Grenoble (1995)
- [59] S. Middleman, "Flow of power law fluids in rectangular ducts", *Trans. Soc. Rheol.* 9, 83-93, (1965)
- [60] K. Min, J. L. White, "Flow visualisation investigations of the addition of carbon black and oil to elastomers in an internal mixer", *Rubb. Chem. Tech.*, 60, 361-380 (1987)

-
- [61] S. Montes, J. L. White, N. Nakajima, "Rheological behavior of rubber carbon black compounds in various shear histories", *J. Non-Newt. Fluid Mech.*, 28, 183-212, (1988)
- [62] M. Mooney, "Explicit formulas for slip and fluidity", *J. Rheol.*, 2, 210-222 (1931)
- [63] M. Mooney, "A shearing disk plastometer for unvulcanized rubber", *Ind. Ing. Chem. Anal. Ed.*, 6, 147-151 (1934)
- [64] M. Mooney, "The rhéology of raw rubber", *Physics*, 7, 413-420 (1936)
- [65] M. Mooney, "The rheology of processing quality of raw rubbers", *J. Coll. Sci.* 7, 69-80 (1947)
- [66] M. Mooney, "Measurement of flow and slip velocity with the shearing disk viscometer", *Proc. Int. Rubber Conf.*, Washington, 368 (1959)
- [67] P. Mourniac, J. F. Agassant, B. Vergnes, "Determination of the wall slip velocity in the flow of a SBR compound", *Rheol. Acta*, 31, 565-574 (1992)
- [68] P. Mourniac, "Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1991)
- [69] T. C. Papanastasion, "Flows of materials with yield", *J. Rheol.*, 31, 385-404 (1987)
- [70] E. Pichelin, "Calcul par éléments finis du remplissage 3D pour fluides viscoélastique : application à l'injection" Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1998)
- [71] C. H. Piper, J. R. Scott, "Rubber plastimeter with uniform rate of shear, shearing-con plastimeter", *J. Sci. Instrum.*, 22, 206-210 (1945)
- [72] O. Pironneau, "Méthodes des éléments finis pour les fluides", collection recherches en mathématiques appliquées, Masson, paris (1993)
- [73] H. Potente, H. Lappe, A. Fornefeld, "Verweilzeit bei Einschnucken-extrudern: Wie sich der messtechnische Aufwand in Grenzen hält. *Plastverarbeiter*" 35, 31-33, (1984)
- [74] H. Potente, V. Schöppner, A. Ujma, "Successful simulation of wall slipping plastics", *J. Polym. Eng.*, 17, 153-170 (1997)
- [75] H. Potente, H. Ridder, "Description of the pressure/throughput behavior of a single screw plasticising unit in consideration of wall slippage effects", *PPS-17 Proceedings*, Montreal, Canada (2001)
- [76] H. Potente, M. Kurte, H. Ridder, "Influence of non newtonian behaviour on the processing characteristics at wall slipping materials", *PPS-18 Proceedings*, Guimares, Portugal (2002)
- [77] C. Rauwendaal, "Polymer extrusion", Hanser, Munich (1985)
-

- [78] L. Robert, "Instabilité oscillante de polyéthylènes linéaires : observations et interprétations", Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (2001)
- [79] J. Salençon, "Mécanique des milieux continus ", Ellipses, Paris (1988)
- [80] G. Schenkel, "Zur extrusion von kunststoffen aus rechteck kanälen", *Kunststoffe*, 71, 479-484 (1981)
- [81] M. Sobhanie, A. I. Isayev, "Viscoelastic simulation of flow of rubber compounds", *Rubber. Chem. Tech.*, 62, 939-956 (1988)
- [82] E. Tadmor, I. Klein, "Engineering Principles of plasticating Extrusion", Van Nostrand Reinhold, New York (1970)
- [83] F. Thomasset, "Implémentation of finite element method for Navier Stokes equations ", Springer series in computationnal physics, Springer verlag, New-York, 148-159 (1981)
- [84] D. M. Turner, M. D. Moore, "The contribution of wall slip in the flow of rubber", *Plast. Rubber Proc.*, 5, 81-84 (1980)
- [85] E. Uhland, "Modell zur beschreibung des fliessens wandgleitender substanzen durch dusen", *Rheol. Acta*, 15, 30-39 (1976)
- [86] E. Uhland, "Das anomale Fliesverhalten von polyäthylen hoher dichte", *Rheol. Acta*, 18, 1-24 (1979)
- [87] B. Vergnes, N. Bennani, C. Guichard, "Experimental and theoretical approach to the extrusion of rubber compounds with a two stage screw", *Inter. Polymer Processing* 1, 19-24 (1986)
- [88] B. Vergnes, S. d'Halewyn, M. F. Boube, "Wall slip and instabilities in the flow of EPDM compounds in theoretical and applied rheology", P. Moldenaers and R. Keunings Eds., Elsevier, Amsterdam, 1, 399-401 (1992)
- [89] S. Wiegrefe, "Untersuchungen zum wandgleitverhalten von EPDM und SBR", *Kautschuk Gummi Kunst.*, 44, 216-221 (1991)
- [90] J.P. Villemare, "Etude d'un rhéomètre à pré-cisaillement : le Rhéoplast. Application à la mesure du comportement visqueux, Thèse 'Sciences et génie des matériaux' ENSMP, Sophia-Antipolis, France (1993)
- [91] R. A. Weiss H. Stamato, "Development of an Ionomer Tracer for Extruder Residence Time Distribution Experiments", *Polym. Eng. Sci.*, 29, 134-139 (1989)
- [92] J.L. White, K. Min, C.Y. Ma, R. Brzoskowski, "Basic studies of flow visualisation of processing of elastomers and their compounds : internal mixer and extrusion", *J. Polym. Eng.*, 6, 79-93 (1986)

- [93] J.L. White, D. Huang, "Extrudate swell and extrusion pressure loss of polymer melt flowing through rectangular and trapezoidale dies", *Polym. Eng. Sci.*, 21, 1101-1107 (1981)
- [94] J.L. White, "Rubber Processing, Technology, Materials, Principles", Hanser, Munich (1995)
- [95] J.L. White, H. Han, N. Nakajima, R Brzoskowski, "The influence of matériels of construction on biconical rotor and capillary measurements of shear viscosity of rubber and its compounds and considerations of slippage", *J. Rheol.*, 35, 167-189 (1991)
- [96] J.L. White, Y. Wang, A. I. Isayev, N. Nakajima, F. C. Weissert, K. Min, "Modeling of shear viscosity behavior and extrusion through dies for rubber compound", *Rubber Chem. Techn.* 60, 337-360 (1987)
- [97] W. E Wolstenholme, "Polymer flow behavior from multispeed viscometry", *Rubber Chem. Tech.*, 38, 769-781 (1965)
- [98] A.C-Y Wong J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Dynamic performance of single screw of different configurations", *Intern. Polym. Proc.*, 14, 35-43 (1999)
- [99] A.C-Y Wong, J. C. M. Lam, T. Liu, F. Zhu, "Visualization studies on the comparison of mixing characteristics of single screws having different mixing elements", *Adv. Polym. Tech.*, 19, 1-13 (2000)
- [100] Institut national de formation et d'enseignement professionnel du caoutchouc "Synthèse, propriétés et technologie des élastomères", IFOCA, Paris (1984)

ANNEXES

ANNEXES

Les vis Troester	255
Annexe I : VAK 401 16D, mélange A.....	255
Annexe II : VAK 401 20D, mélange A.....	258
Annexe III : MZS 412 16D, mélange A.....	261
Annexe IV : MZS 422 20D, mélange A.....	264
Annexe V : MZS 521 20D, mélange A.....	266
 Les vis Collin	266
Annexe VI : Vis 1, Mélange A.....	266
Annexe VI.1. Influence de la vitesse du galet bourreur.....	266
Annexe VI.2. Influence de la vitesse de la vis.....	266
Annexe VI.3. Influence de la température de régulation de la vis.....	266
Annexe VI.4. Influence de la température de régulation du fourreau.....	266
Annexe VII : Vis 2, Mélange A.....	266
Annexe VII.1. Influence de la vitesse du galet bourreur.....	266
Annexe VII.2. Influence de la vitesse de la vis.....	266
Annexe VII.3. Influence de la température de régulation de la vis.....	266
Annexe VII.4. Influence de la température de régulation du fourreau.....	266
Annexe VIII : Vis type VAK, Mélange A.....	266
Annexe VIII.1. Influence de la vitesse de rotation du galet bourreur.....	266
Annexe VIII.2. , Influence de la vitesse de rotation de la vis.....	266
Annexe IX : Vis type MZS, Mélange A.....	266
Annexe IX.1. Influence de la vitesse de rotation du galet bourreur.....	266
Annexe IX.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis de la vis.....	266
Annexe X : Vis 1, Mélange B.....	266
Annexe X.1. Influence de la vitesse de rotation du galet bourreur.....	266
Annexe X.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis.....	266
Annexe XI : Vis 2, Mélange B.....	266
Annexe XI.1. Influence de la vitesse de rotation de la vis.....	266
Annexe XII : Vis type MZS, Mélange B.....	266
Annexe XII.1. Influence de la vitesse de rotation du galet bourreur.....	266
Annexe XII.2. , Influence de la vitesse de rotation de la vis.....	266

Les vis Troester

Annexe I : VAK 401 16D, mélange A

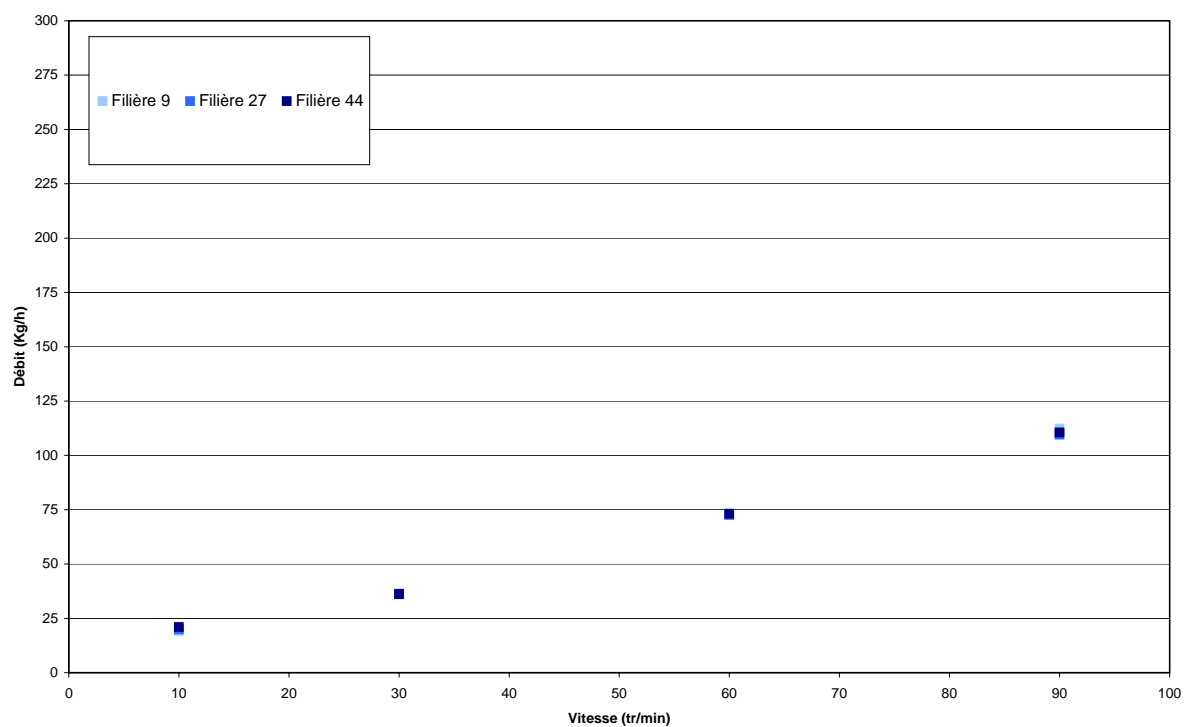


Figure 1: Evolution du débit en fonction de la vitesse, VAK 401 16D

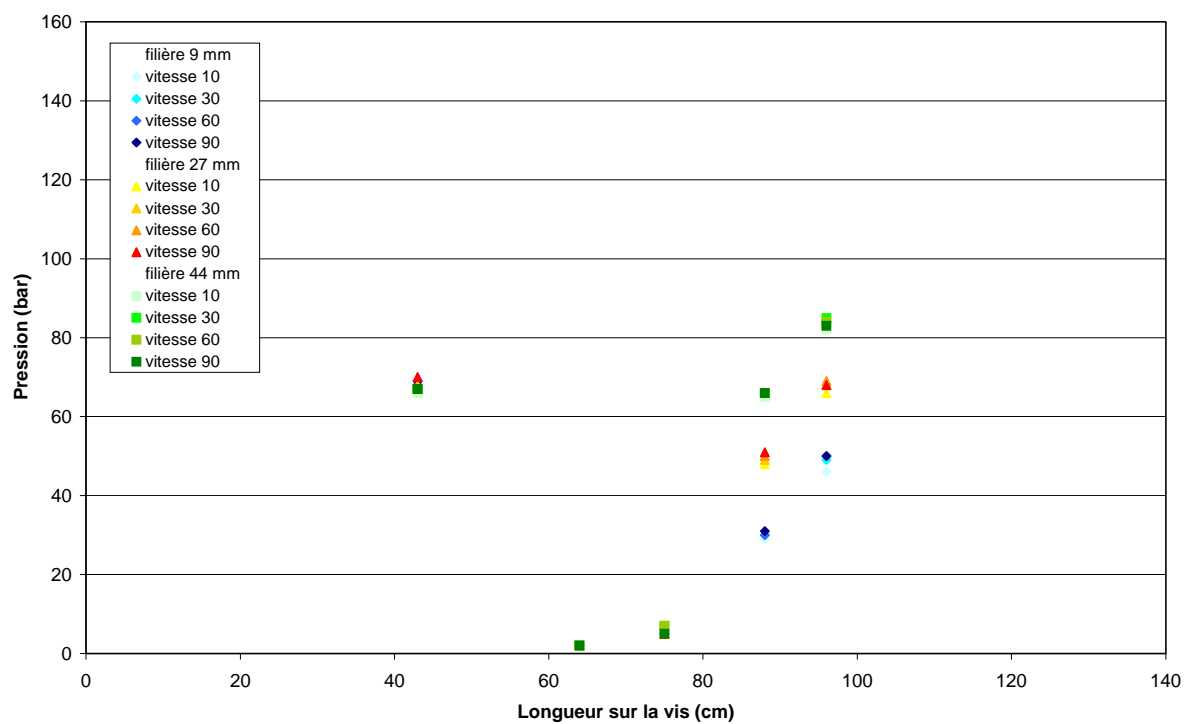


Figure 2: Evolution des pressions le long de la vis, VAK 401 16D

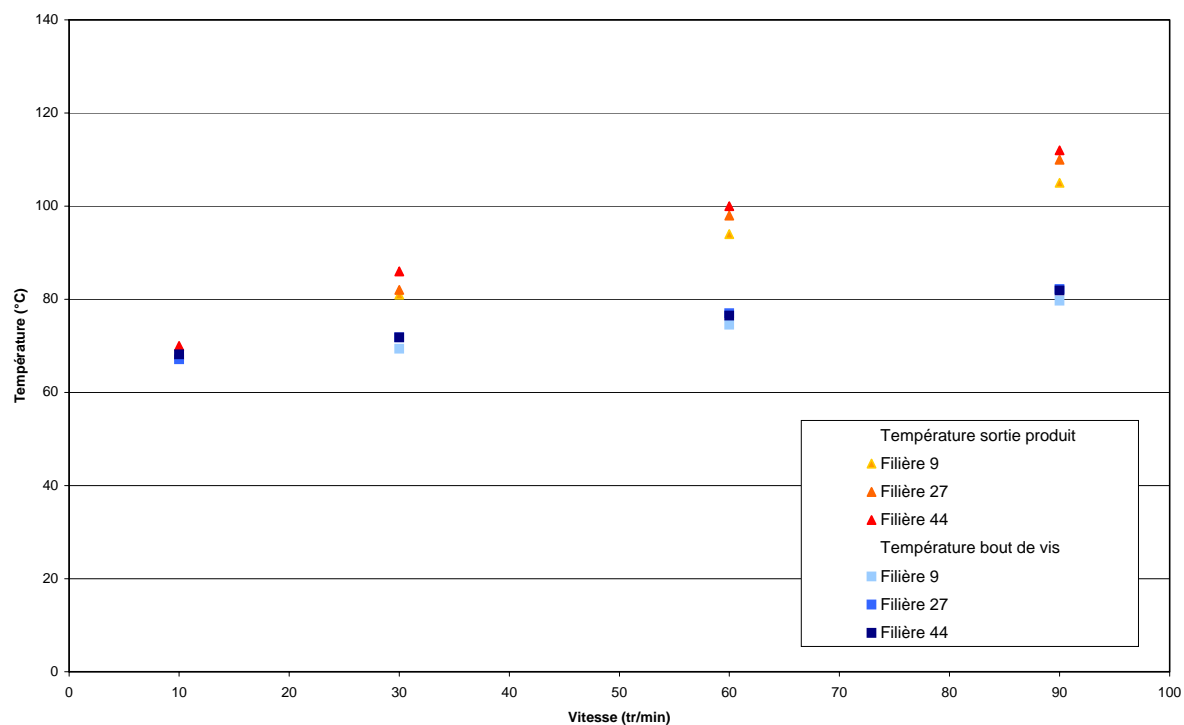


Figure 3: Evolution de la température en fonction de la vitesse, VAK 401 16D

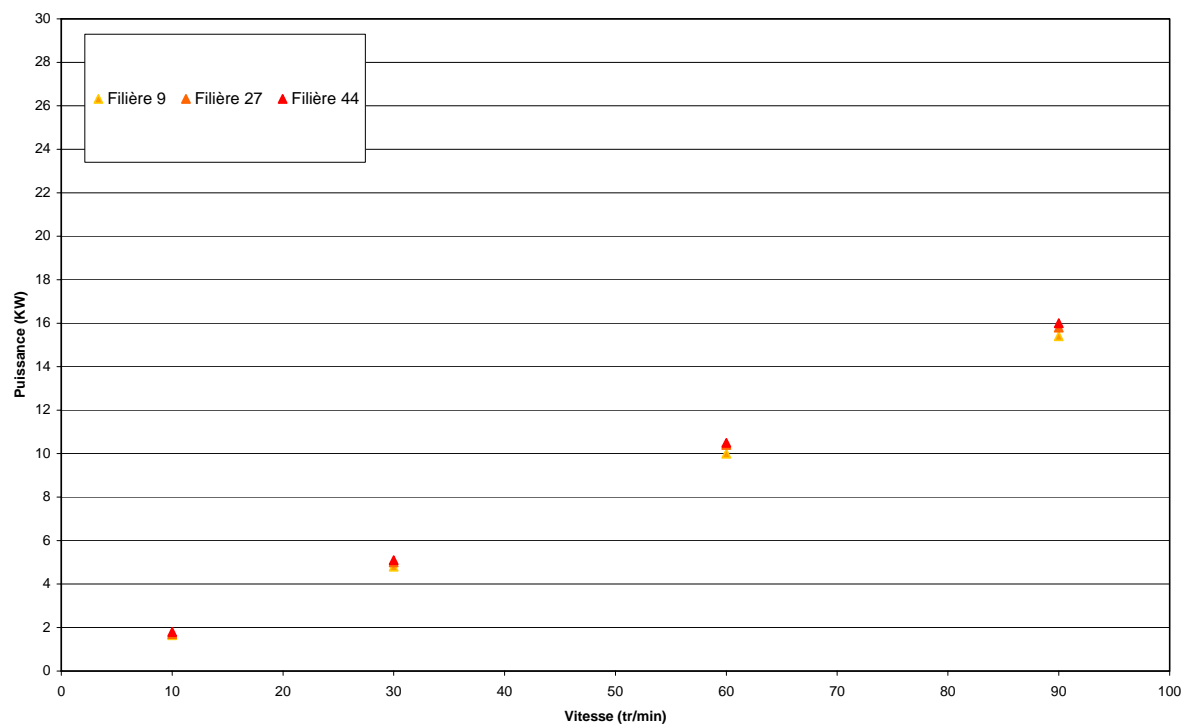


Figure 4: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse, VAK 401 16D

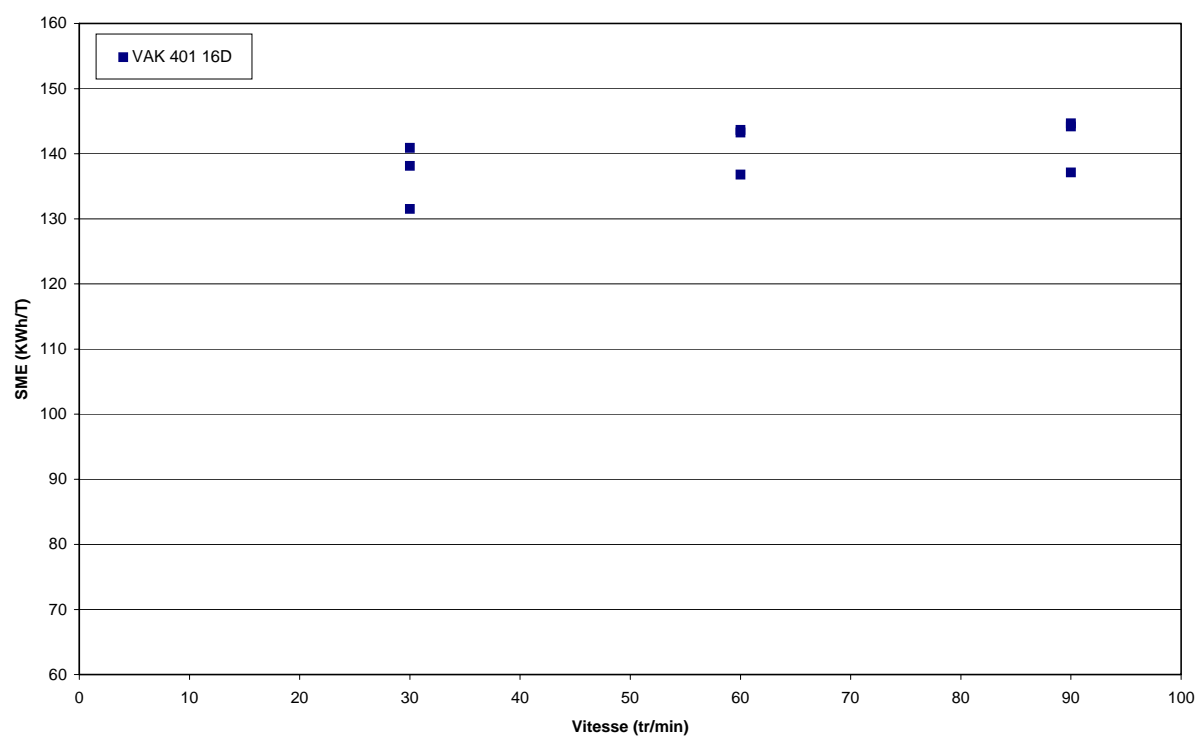


Figure 5: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse, *VAK 401 16D*

Annexe II : VAK 401 20D, mélange A

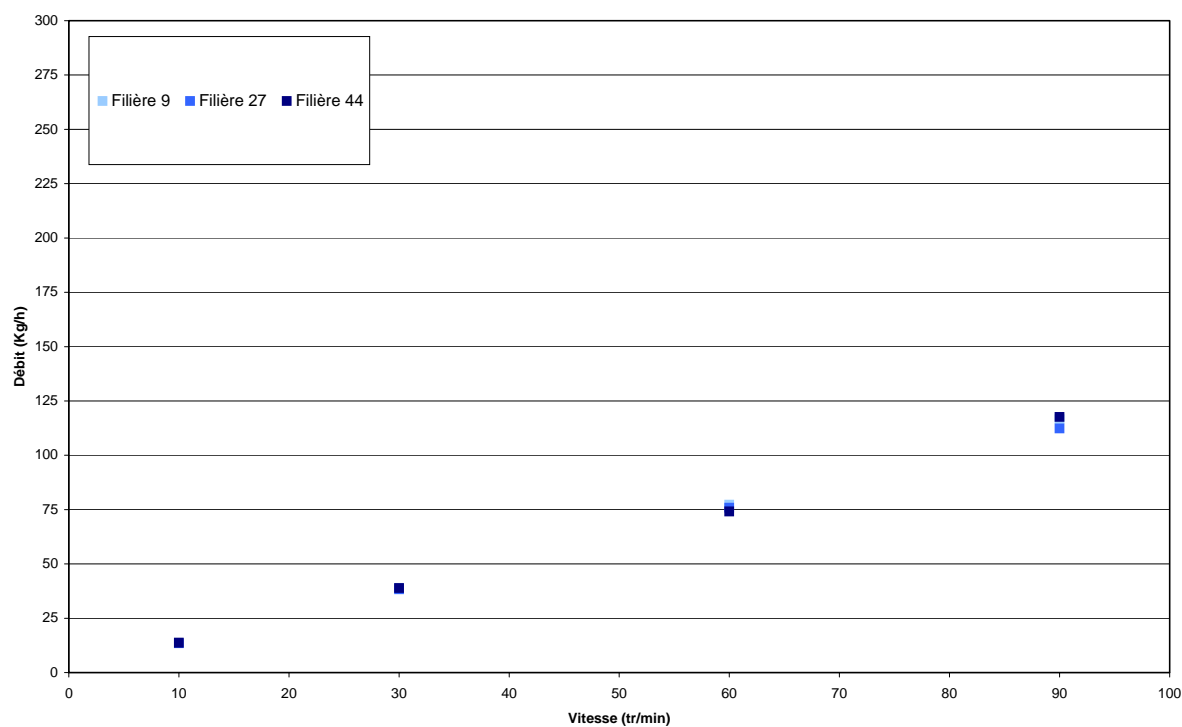


Figure 6: Evolution du débit en fonction de la vitesse, VAK 401 20D

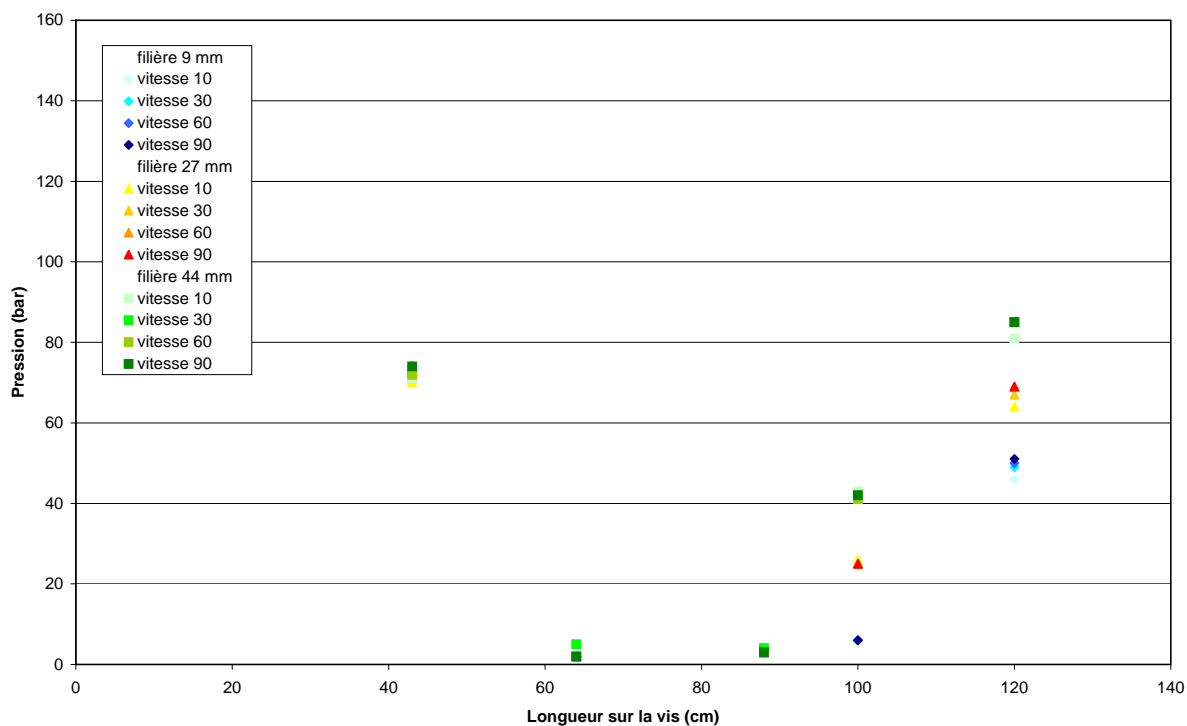


Figure 7: Evolution des pressions le long de la vis, VAK 401 20D

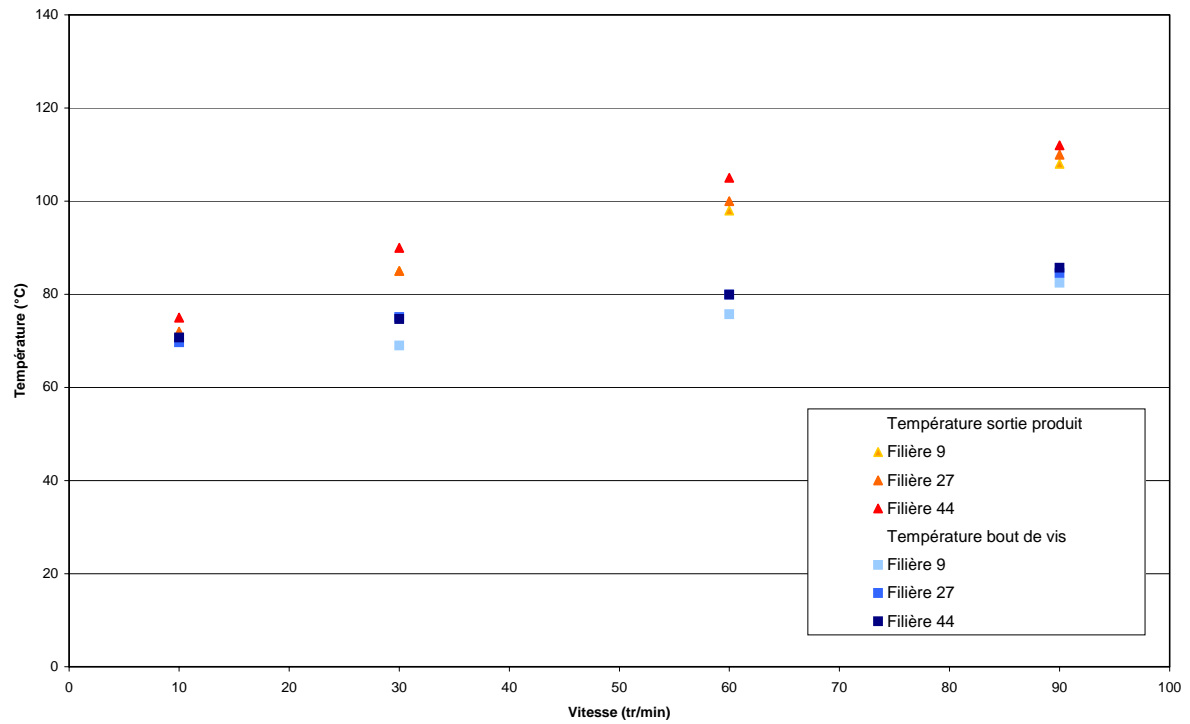


Figure 8: Evolution de la température en fonction de la vitesse, VAK 401 20D

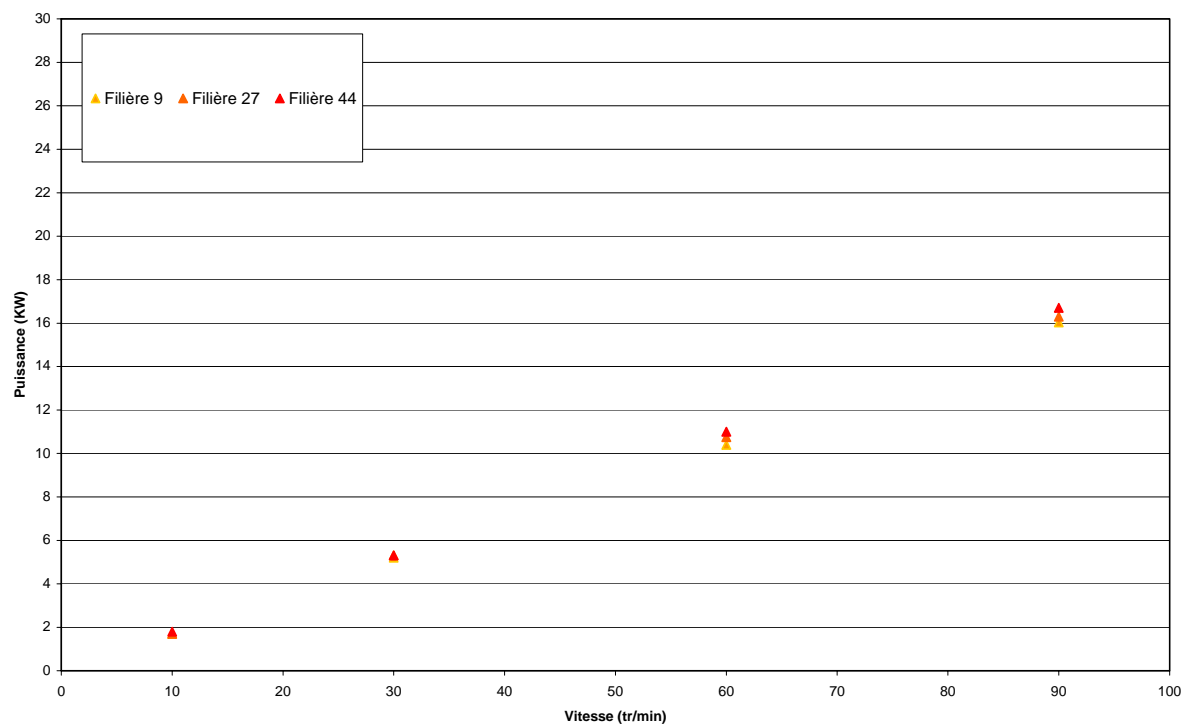


Figure 9: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse, VAK 401 20D

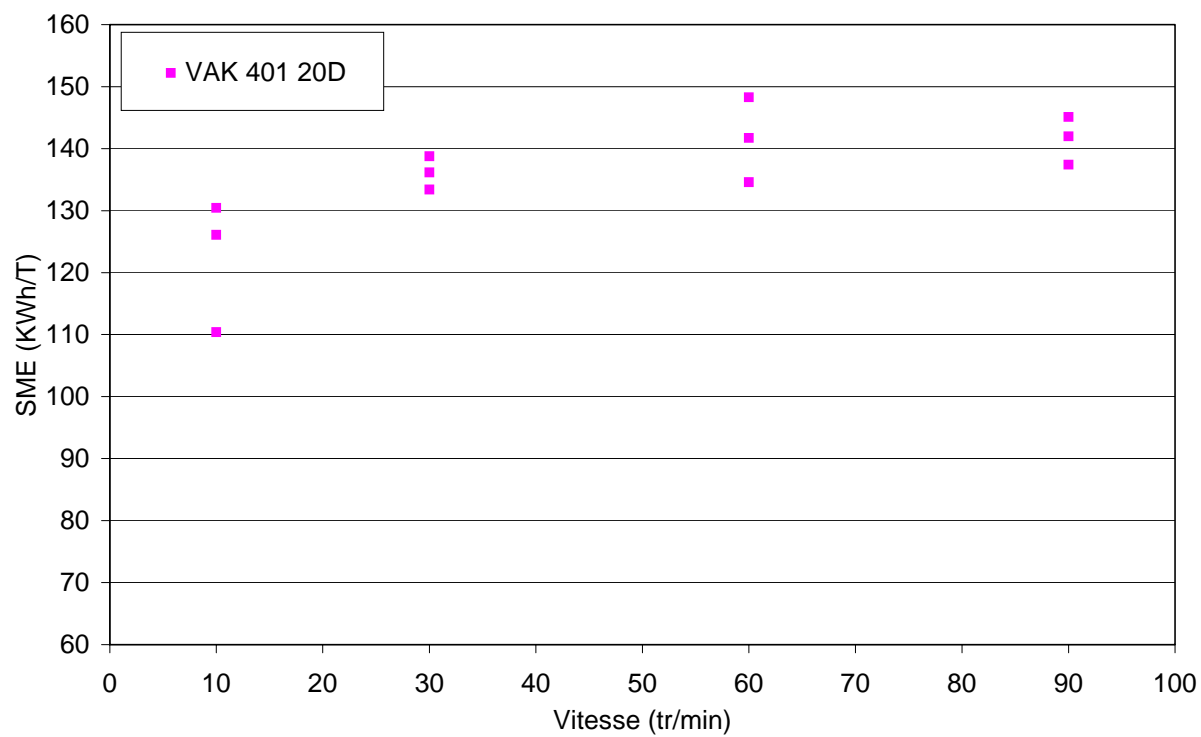
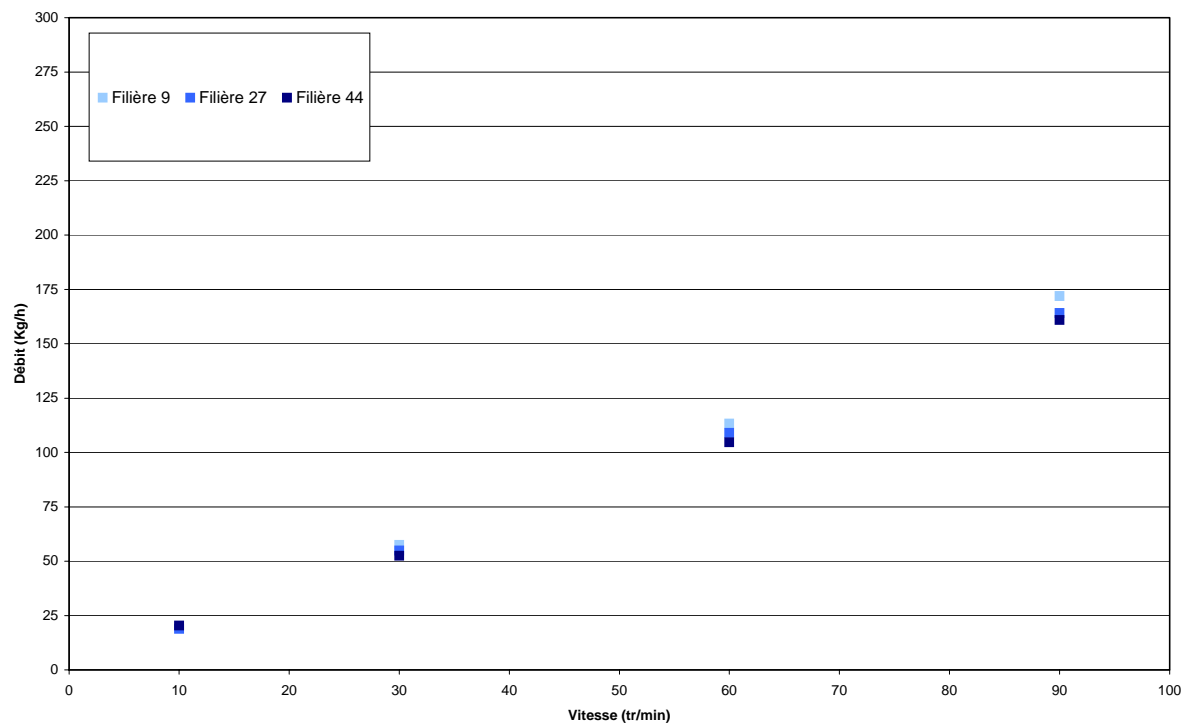
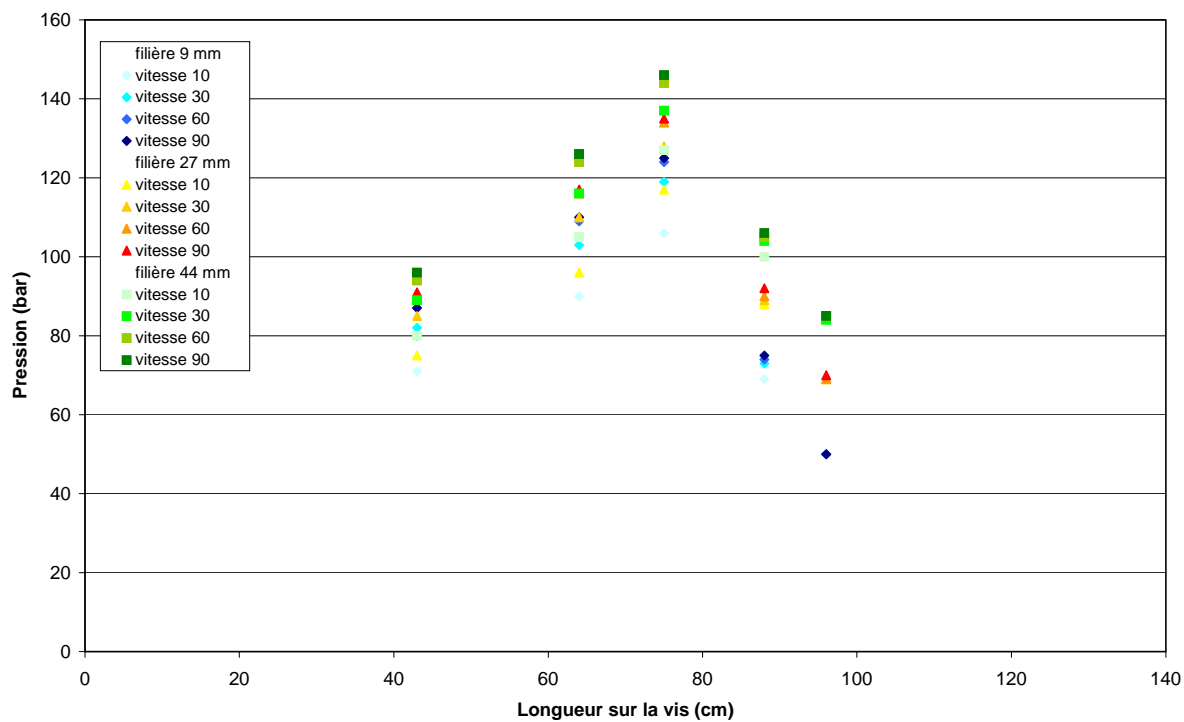


Figure 10: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse, VAK 401 20D

Annexe III : MZS 412 16D, mélange A

Figure 11: Evolution du débit en fonction de la vitesse, *MZS 412 16D*Figure 12: Evolution des pressions le long de la vis, *MZS 412 16D*

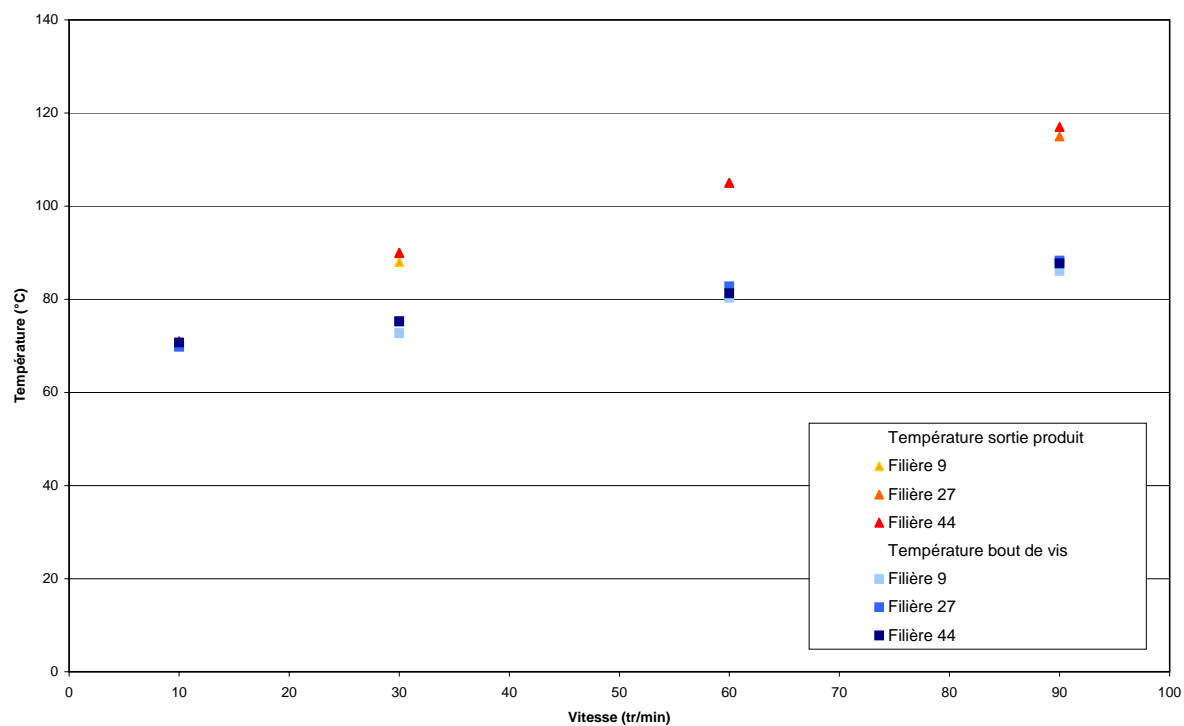


Figure 13: Evolution de la température en fonction de la vitesse, *MZS 412 16D*

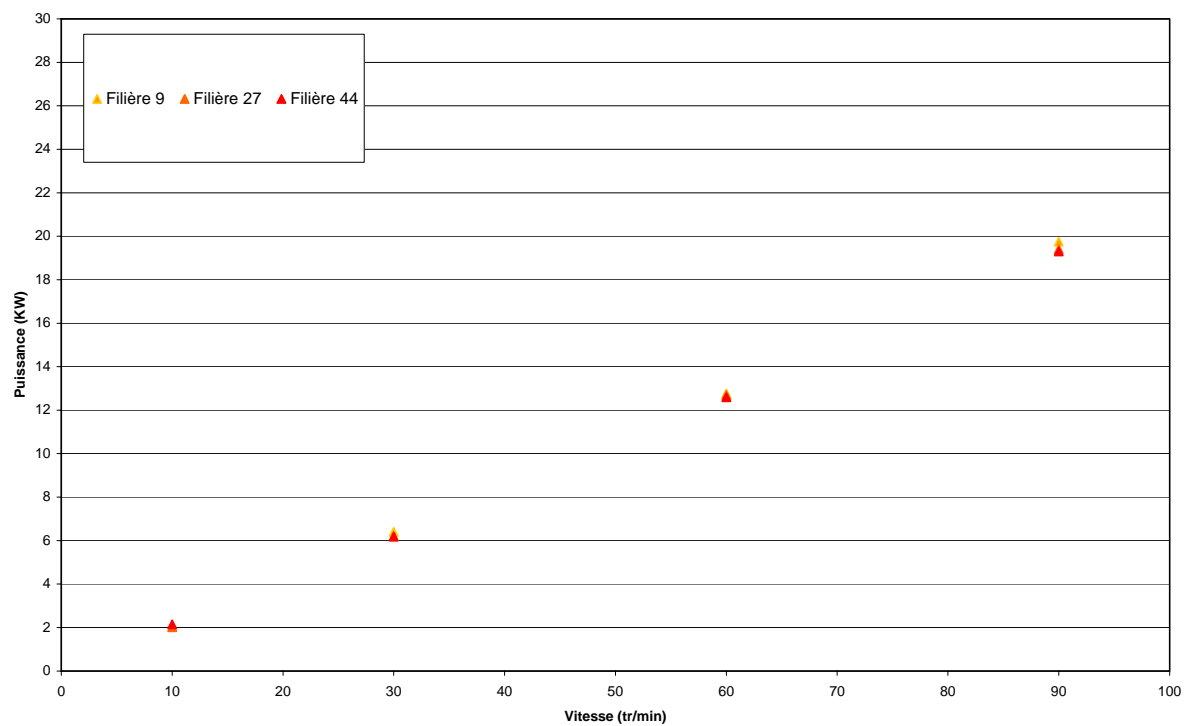


Figure 14: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse, *MZS 412 16D*

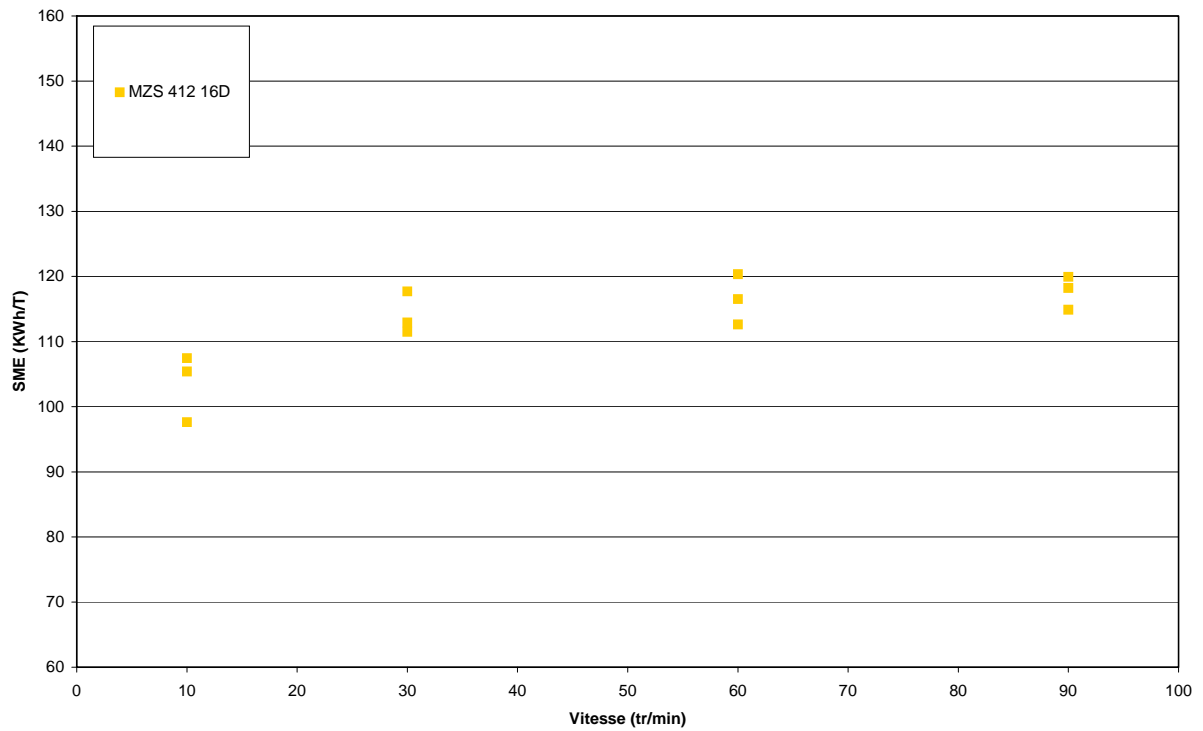


Figure 15: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse, *MZS 412 16D*

Annexe IV : MZS 422 20D, mélange A

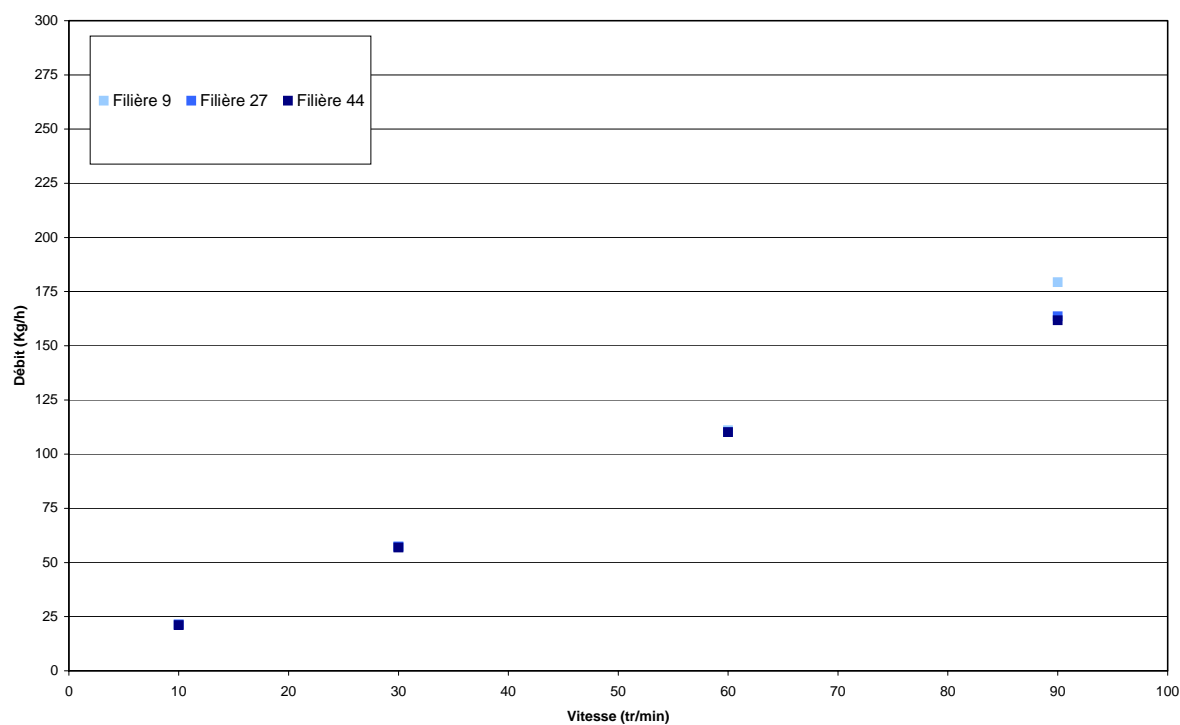


Figure 16: Evolution du débit en fonction de la vitesse, *MZS 422 20D*

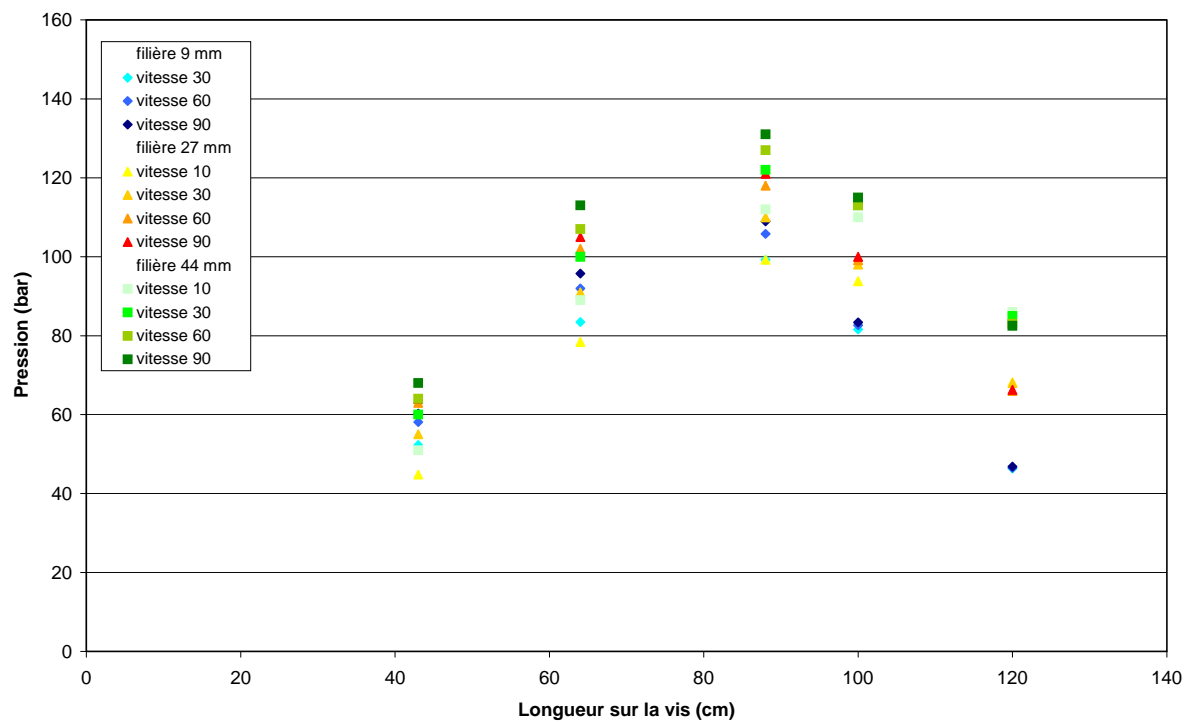


Figure 17: Evolution des pressions le long de la vis, *MZS 422 20D*

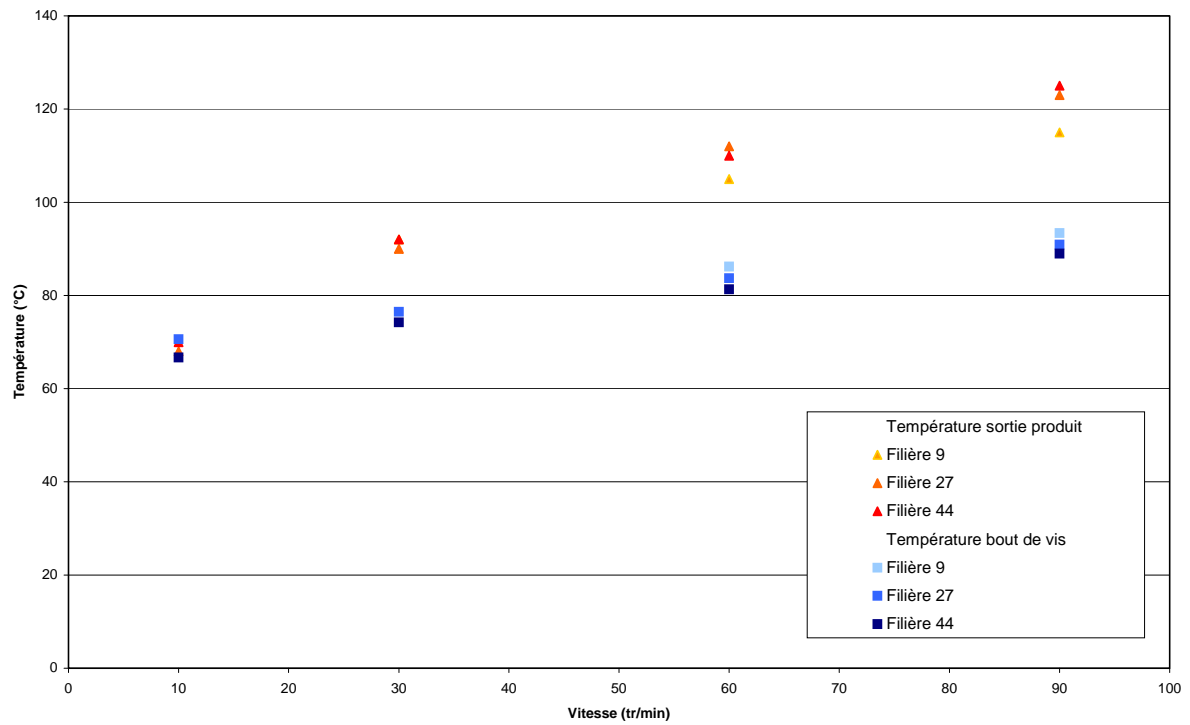


Figure 18: Evolution de la température en fonction de la vitesse, *MZS 422 20D*

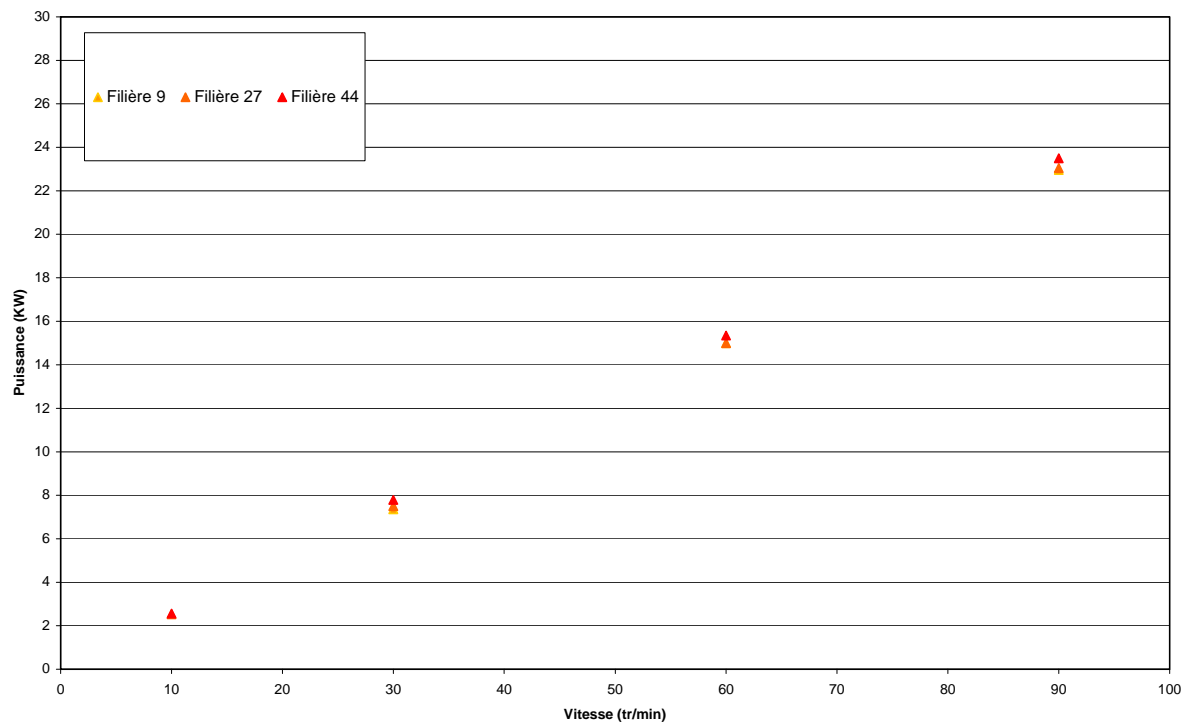


Figure 19: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse, *MZS 422 20D*

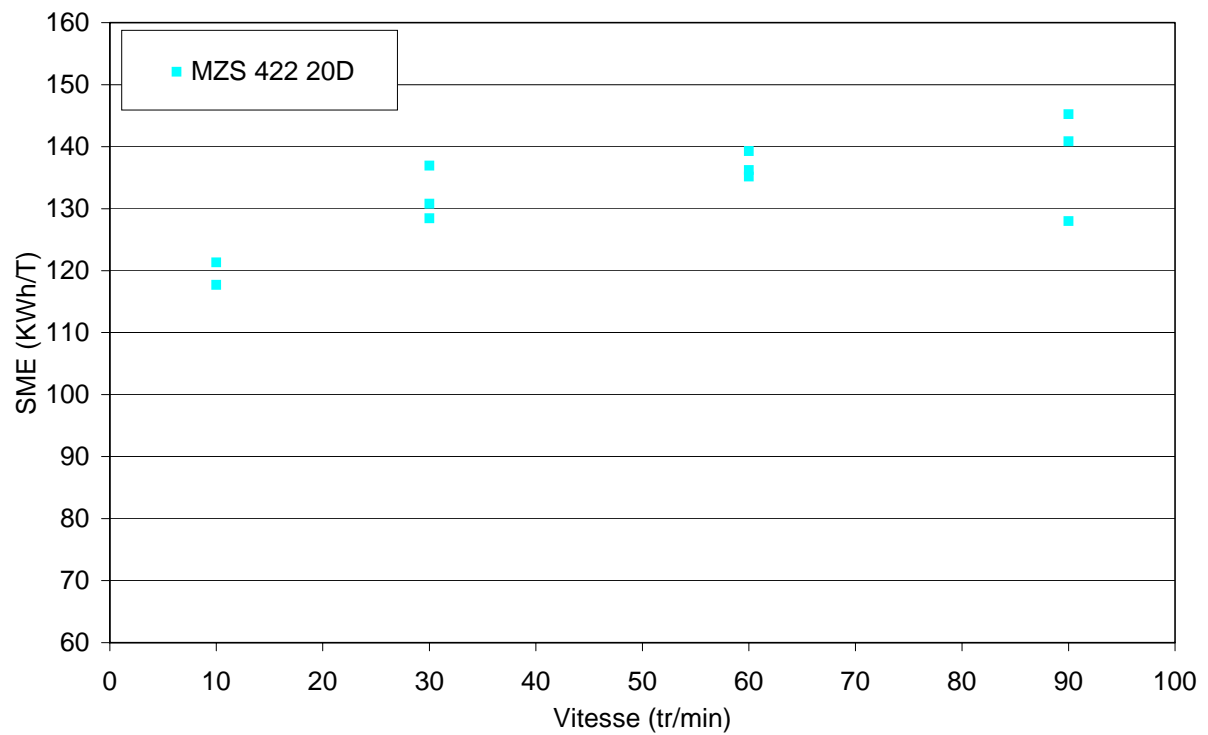
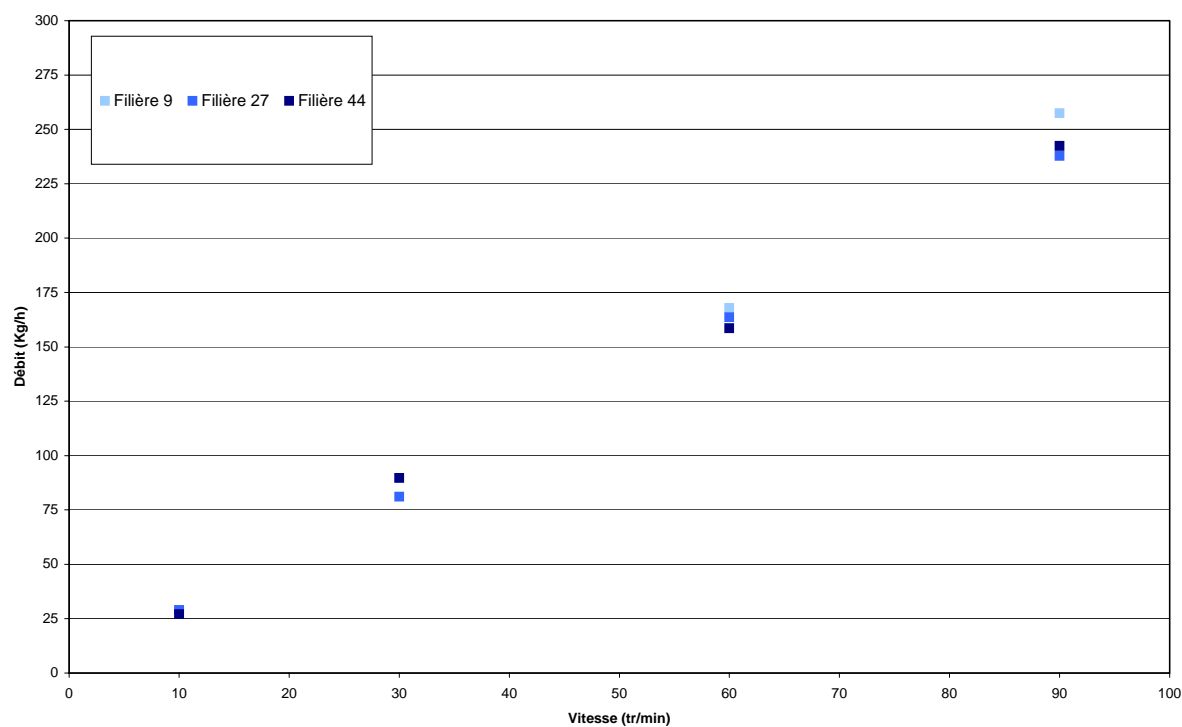
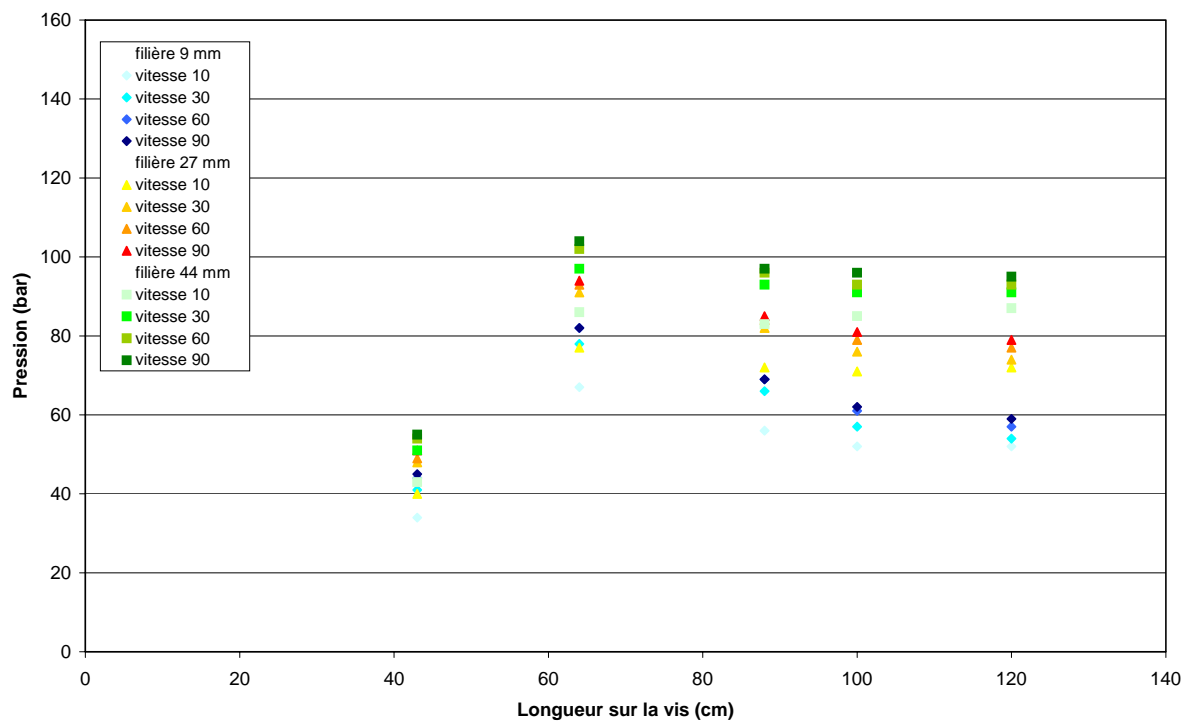


Figure 20: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse, *MZS 422 20D*

Annexe V : MZS 521 20D, mélange A

Figure 21: Evolution du débit en fonction de la vitesse, *MZS 512 20D*Figure 22: Evolution des pressions le long de la vis, *MZS 512 20D*

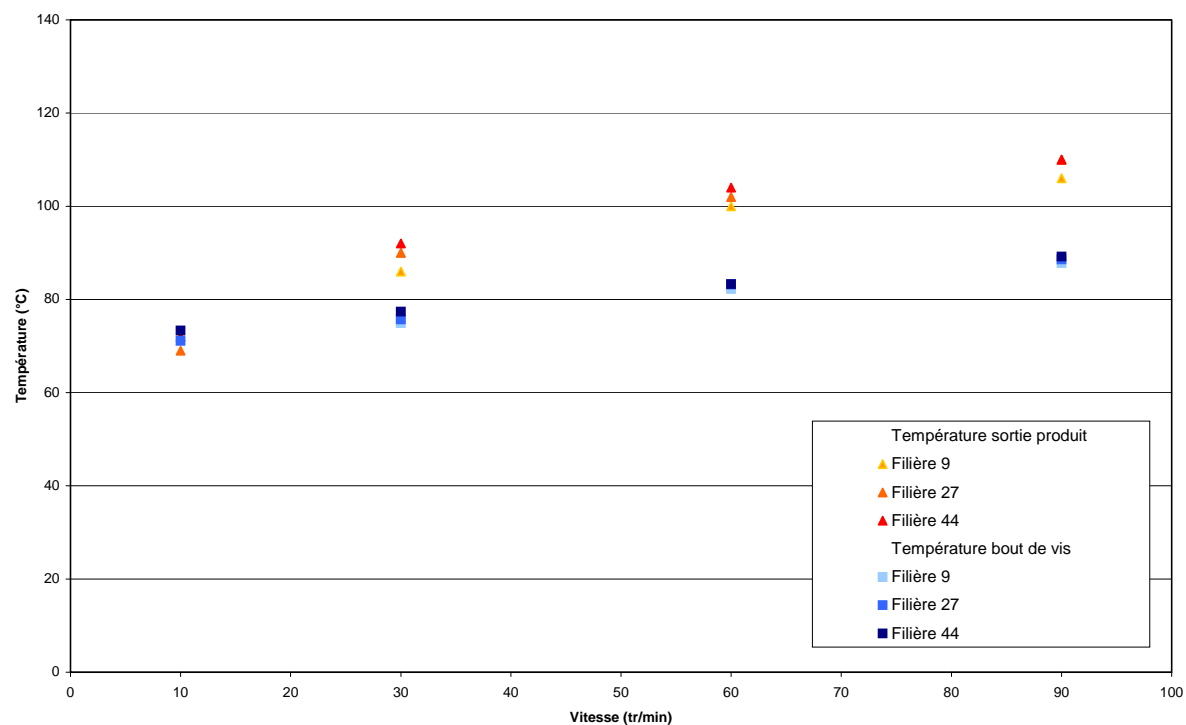


Figure 23: Evolution de la température en fonction de la vitesse, *MZS 512 20D*

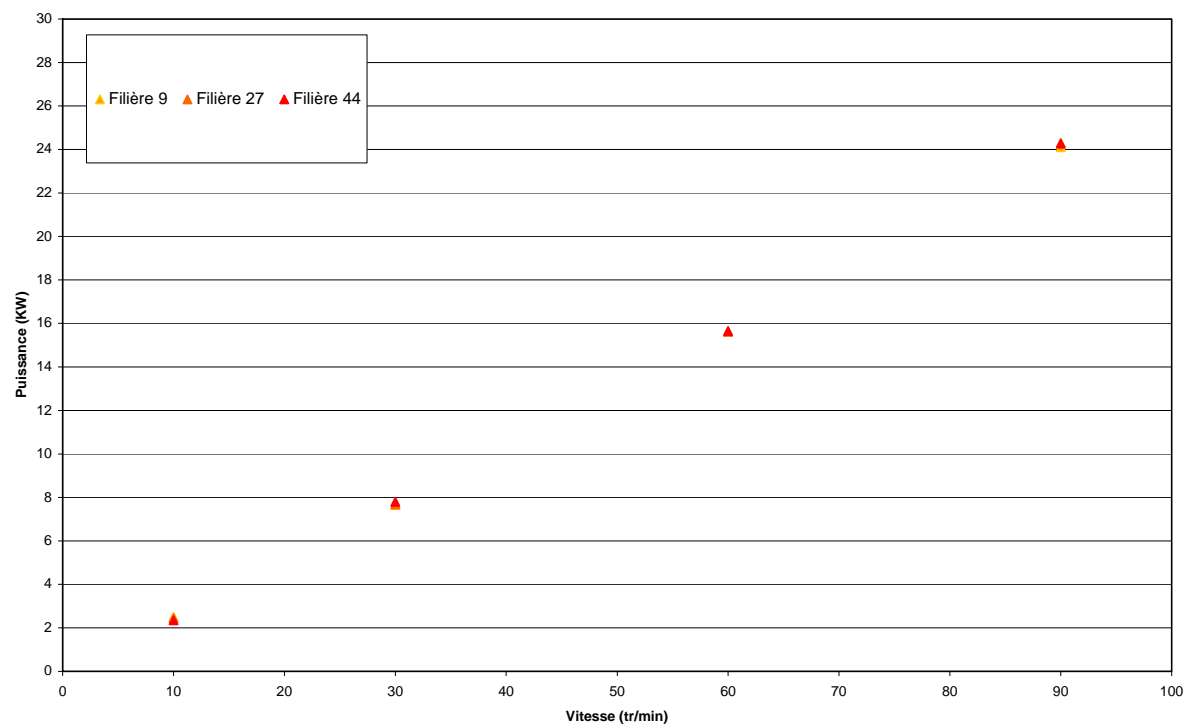


Figure 24: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse, *MZS 512 20D*

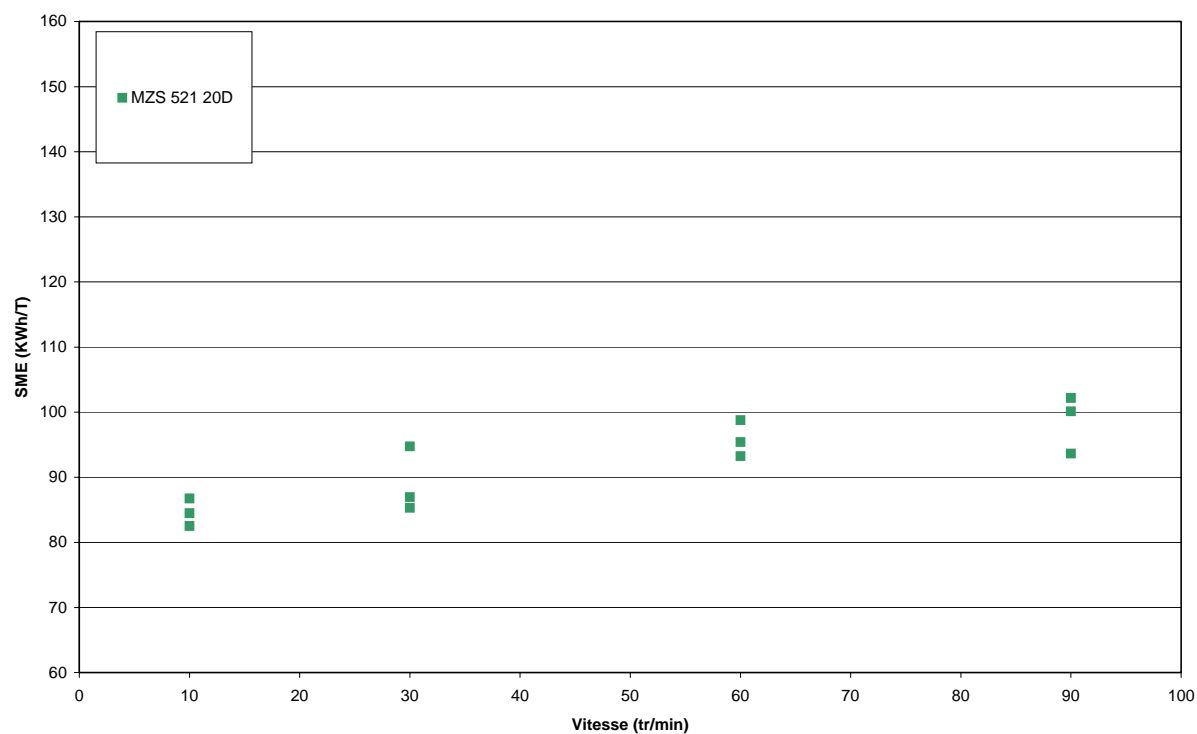


Figure 25: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse, *MZS 512 20D*

Les vis Collin

Annexe VI : Vis 1, Mélange A

Annexe VI.1. Influence de la vitesse du galet bourreur

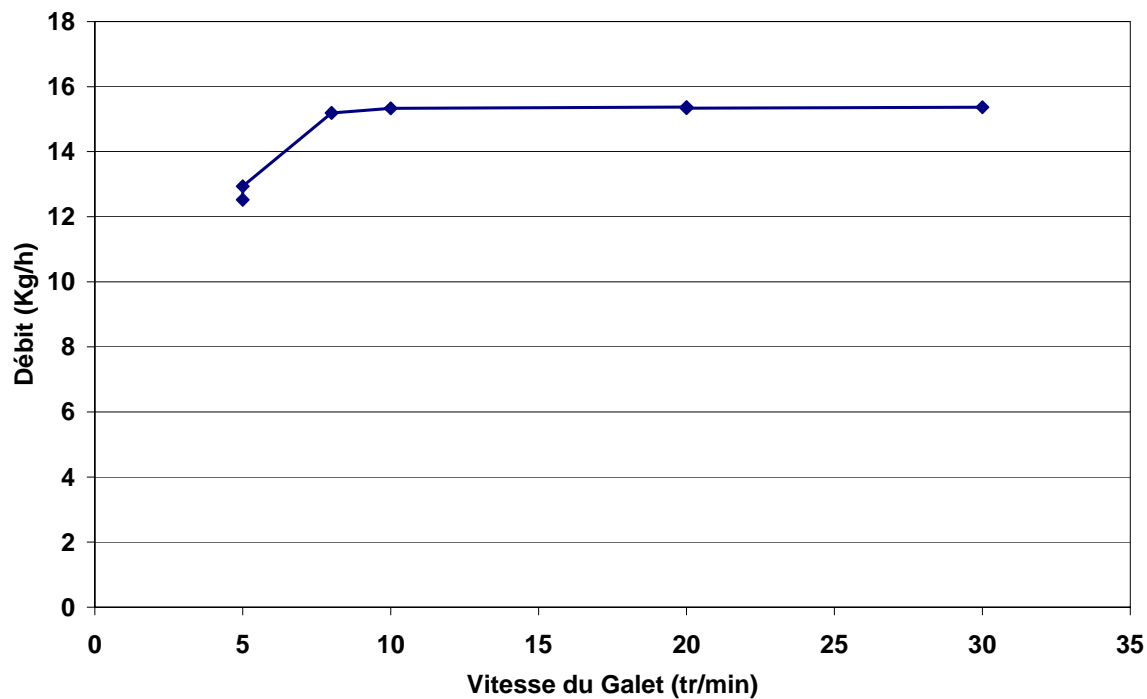


Figure 26: Evolution du débit en fonction de la vitesse du galet bourreur

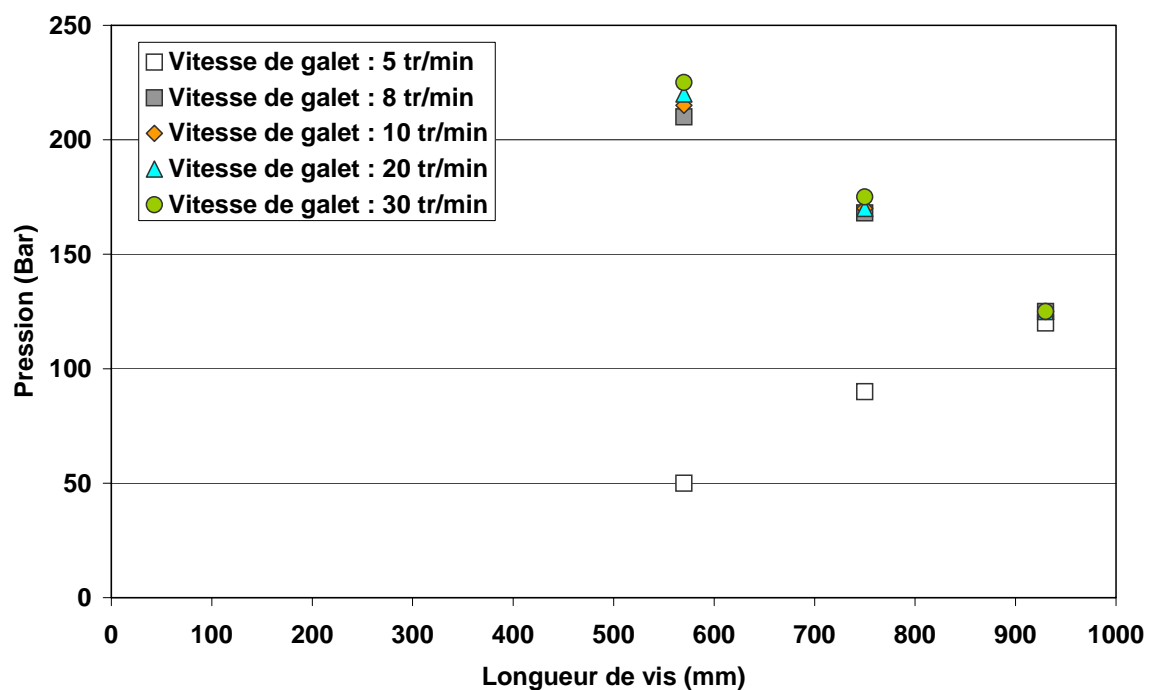


Figure 27: Evolution des pressions le long de la vis

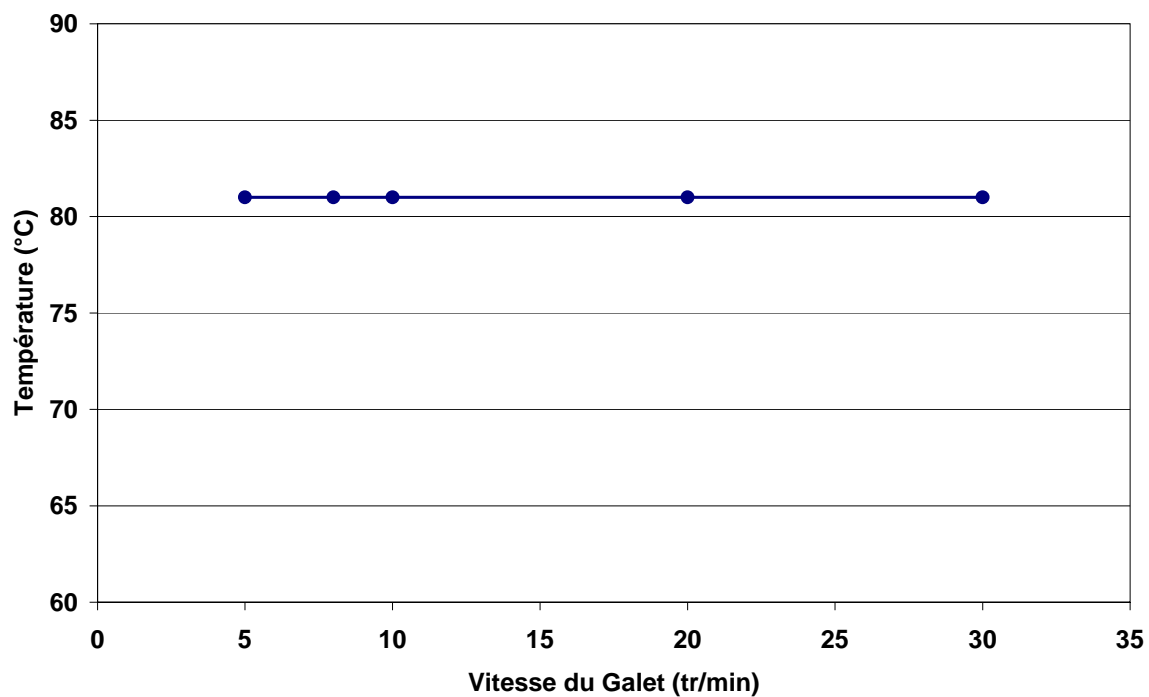


Figure 28: Evolution de la température en fonction de la vitesse du galet bourreur

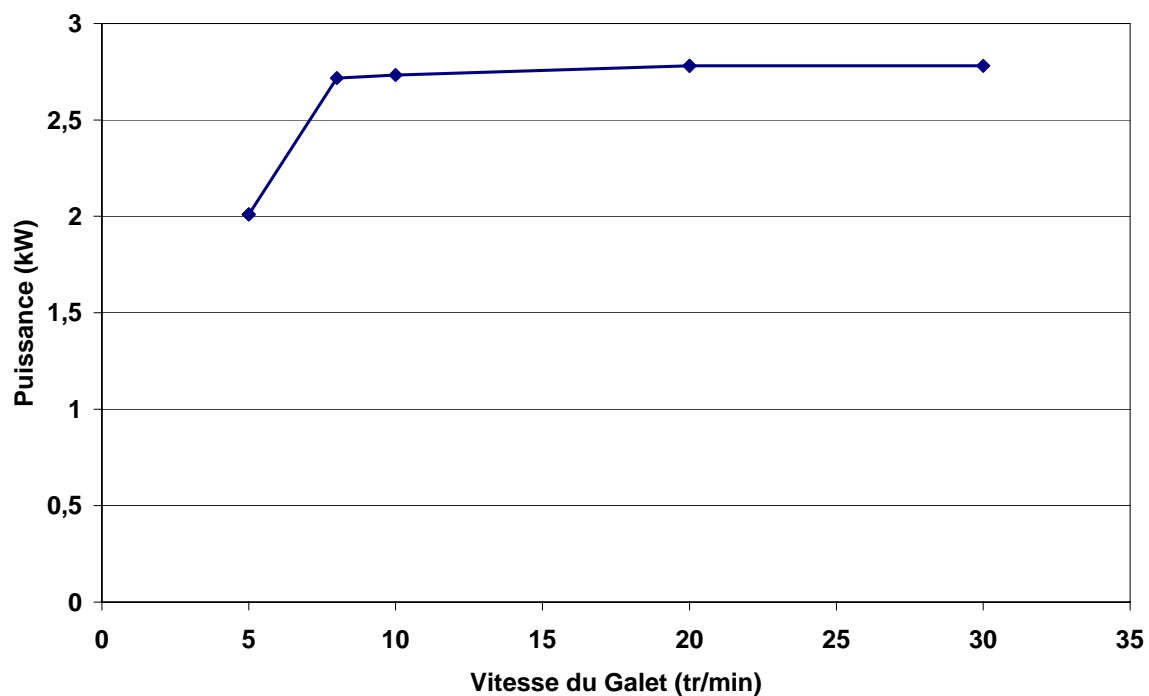


Figure 29: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse du galet bourreur

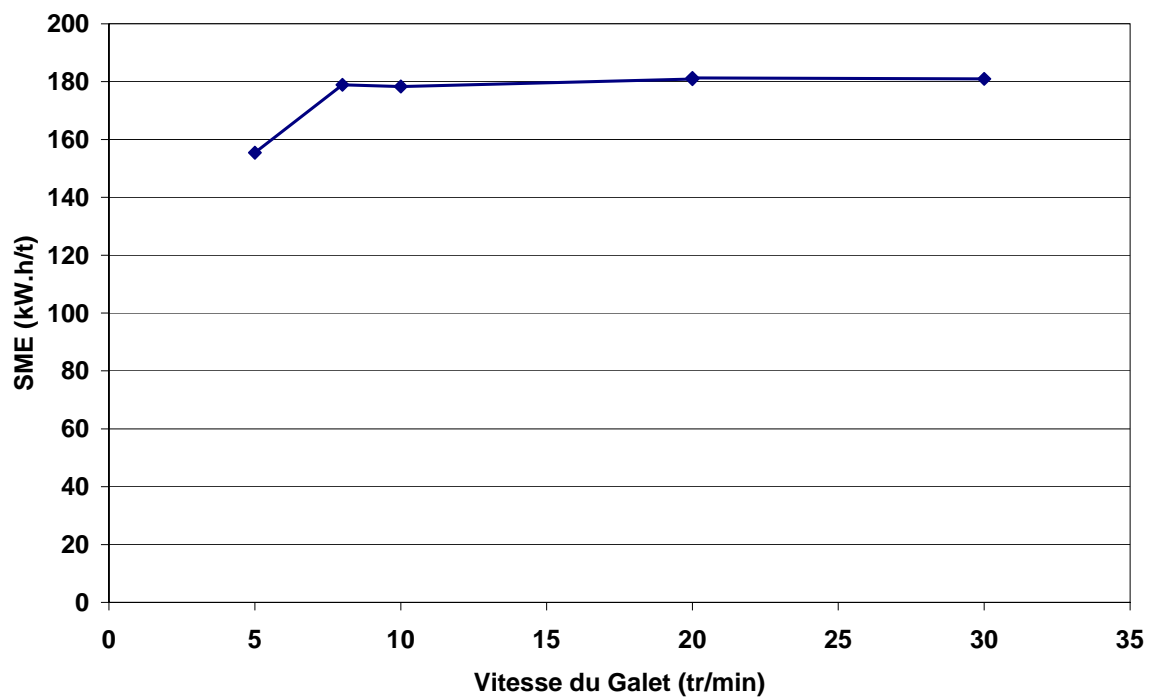


Figure 30: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse du galet burreur

Annexe VI.2. Influence de la vitesse de la vis

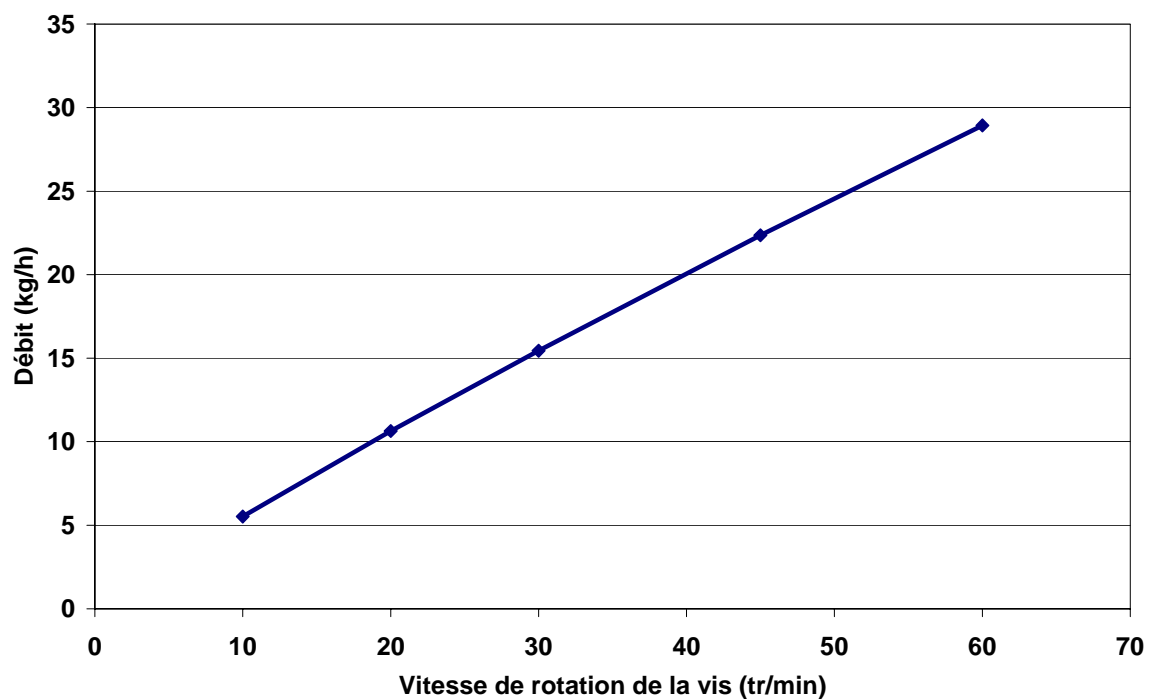


Figure 31: Evolution du débit en fonction de la vitesse de la vis

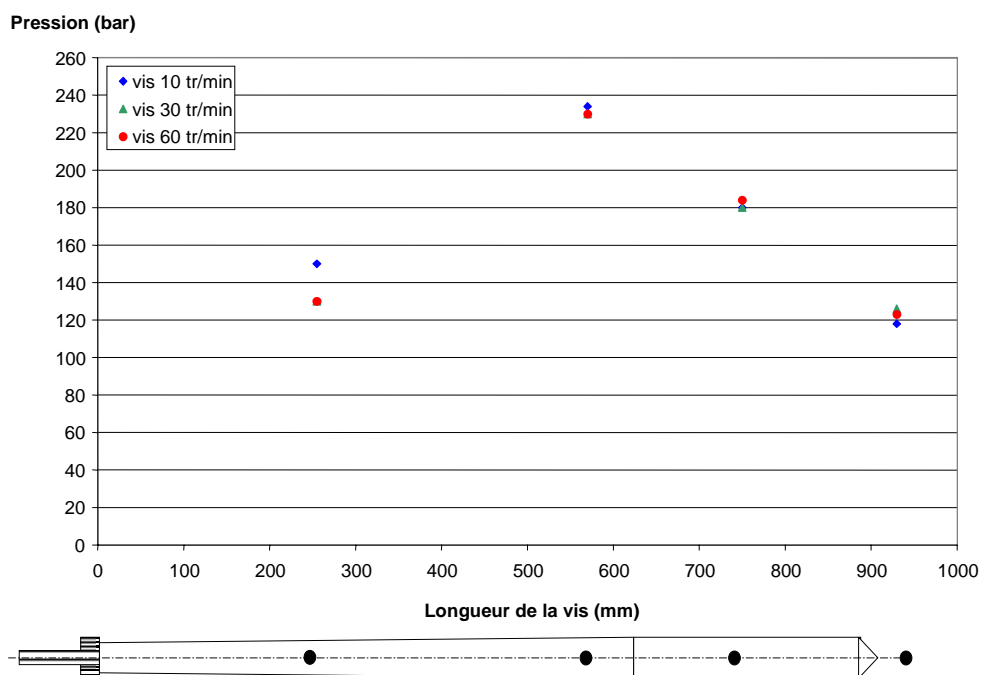


Figure 32: Evolution des pressions le long de la vis

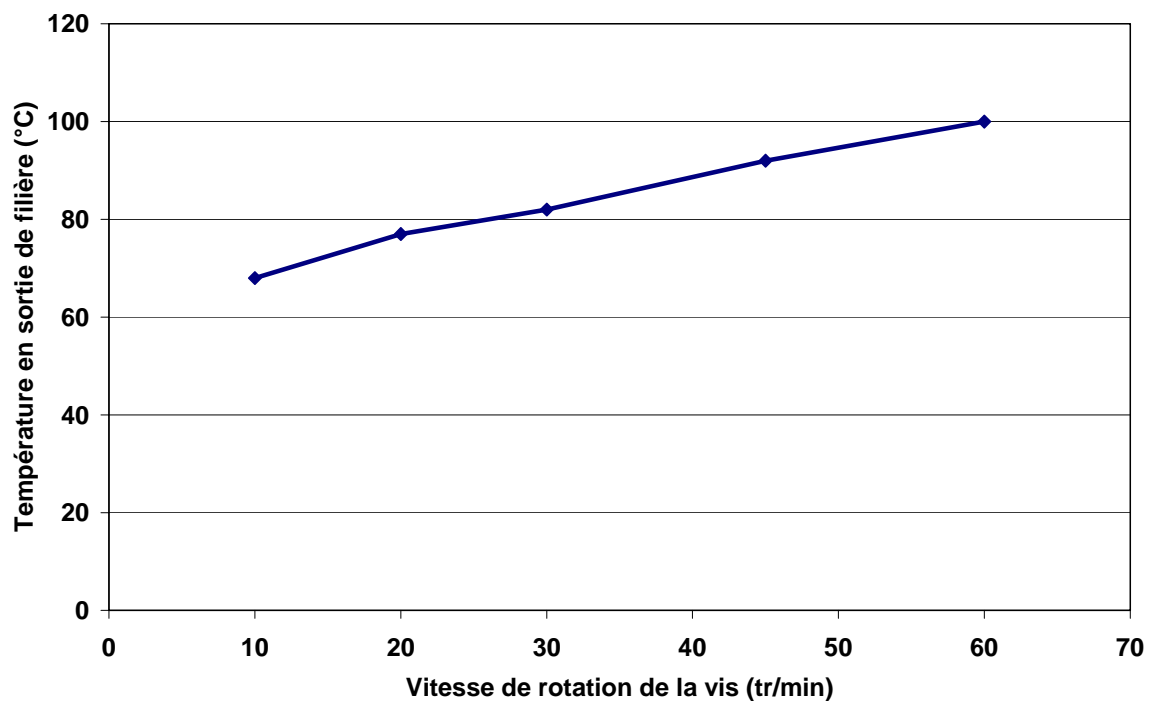


Figure 33: Evolution de la température en fonction de la vitesse de la vis

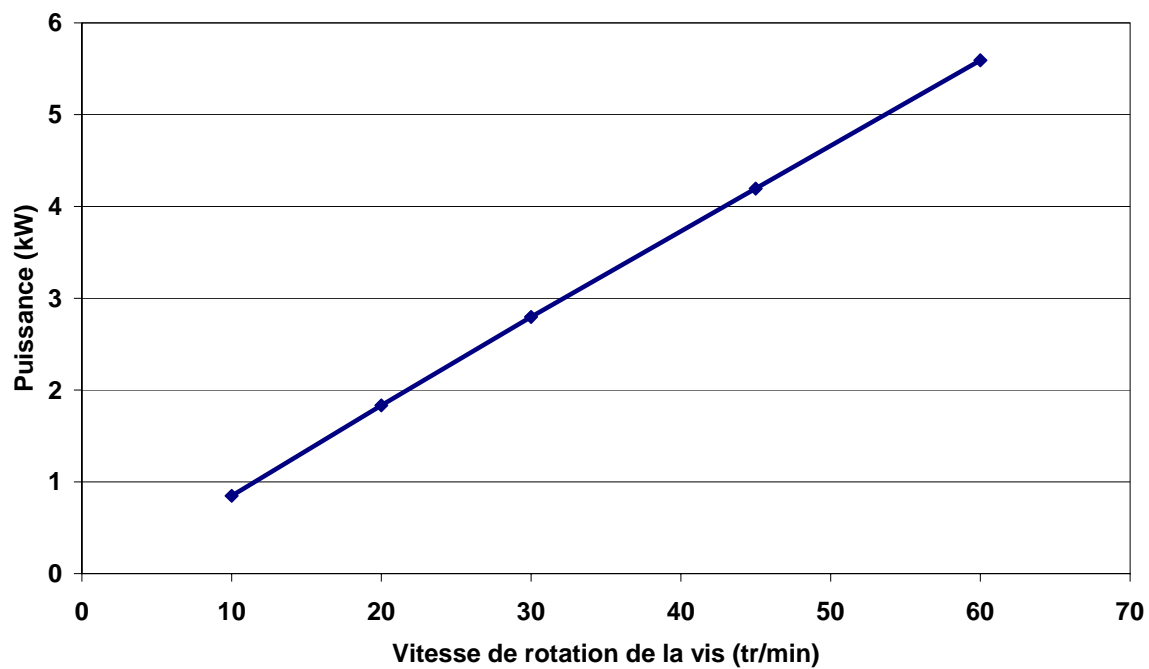


Figure 34: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de la vis

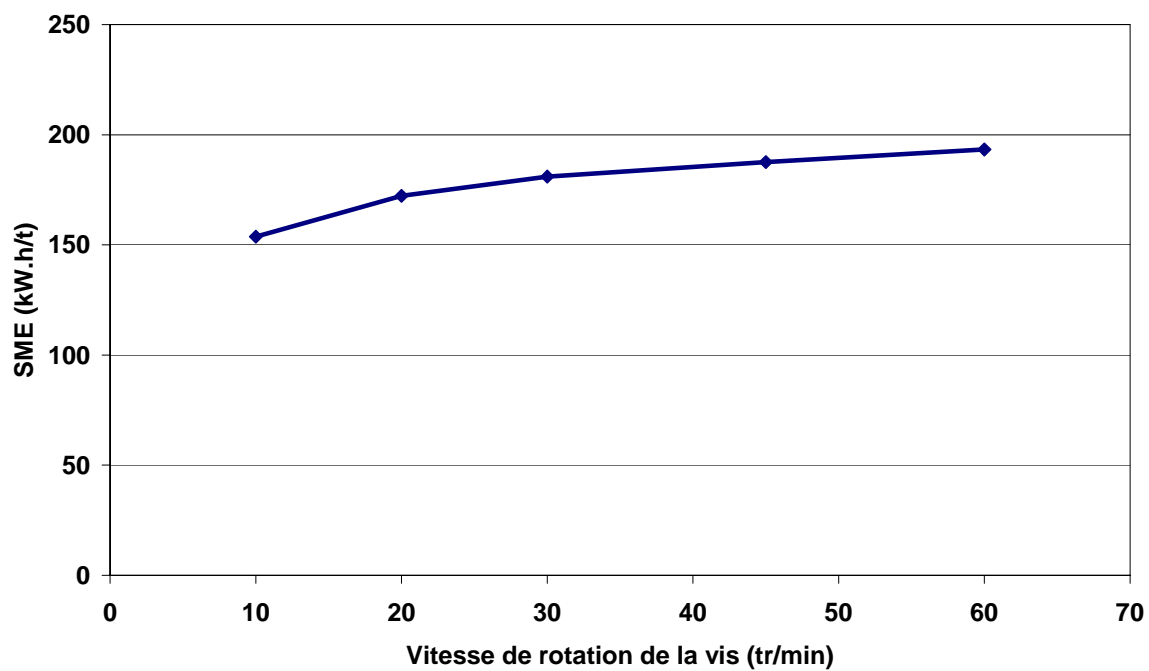


Figure 35: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de la vis

Annexe VI.3. Influence de la température de régulation de la vis

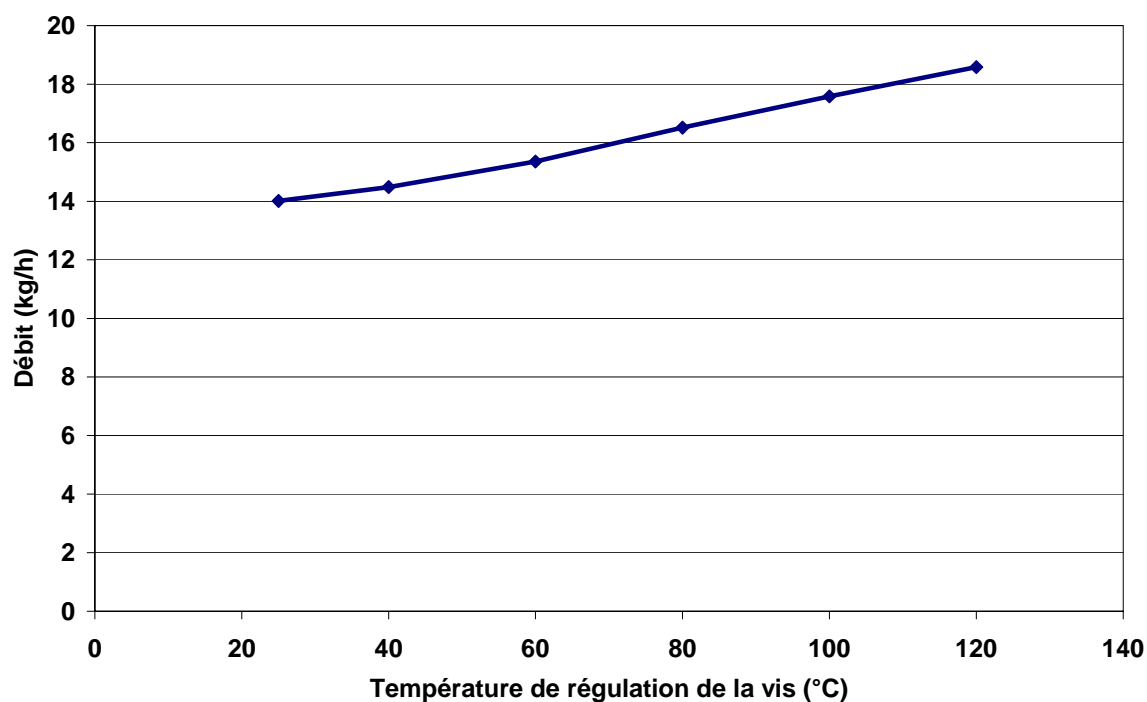


Figure 36: Evolution du débit en fonction de la température de régulation de la vis

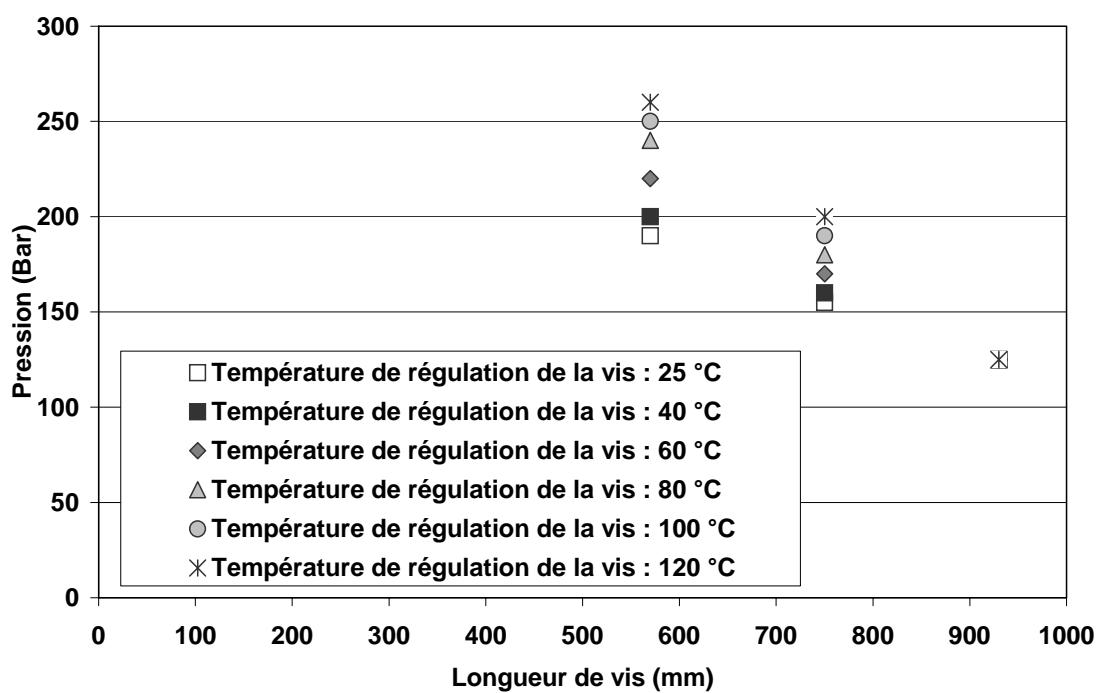


Figure 37: Evolution des pressions le long de la vis

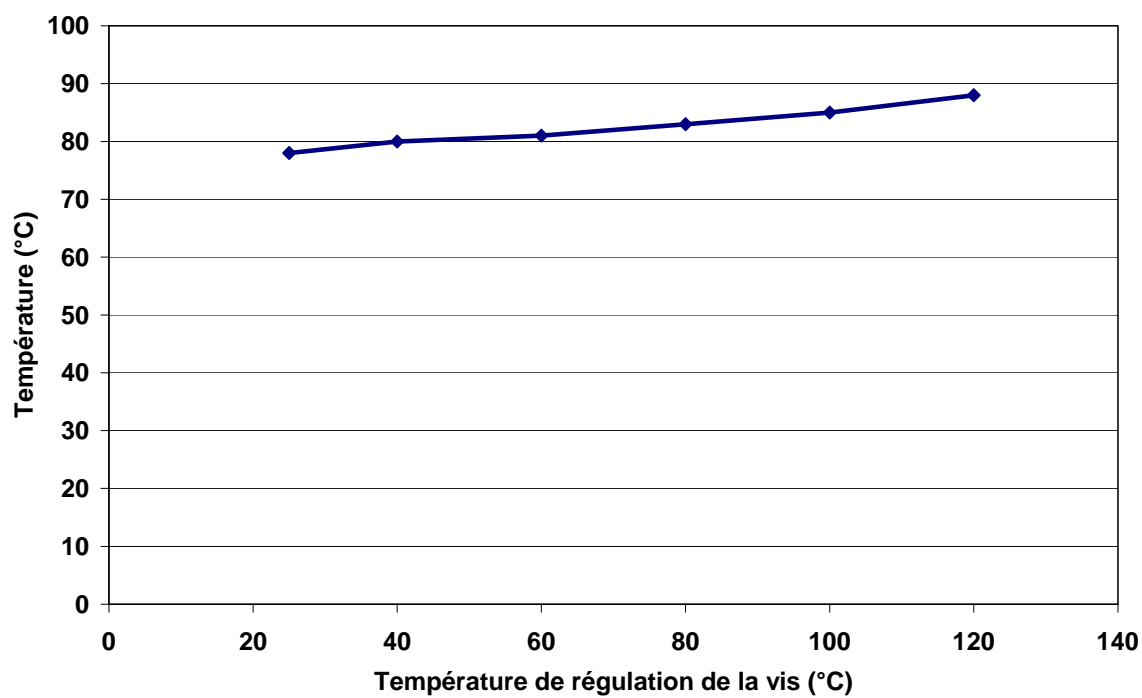


Figure 38: Evolution de la température en fonction de la température de régulation de la vis

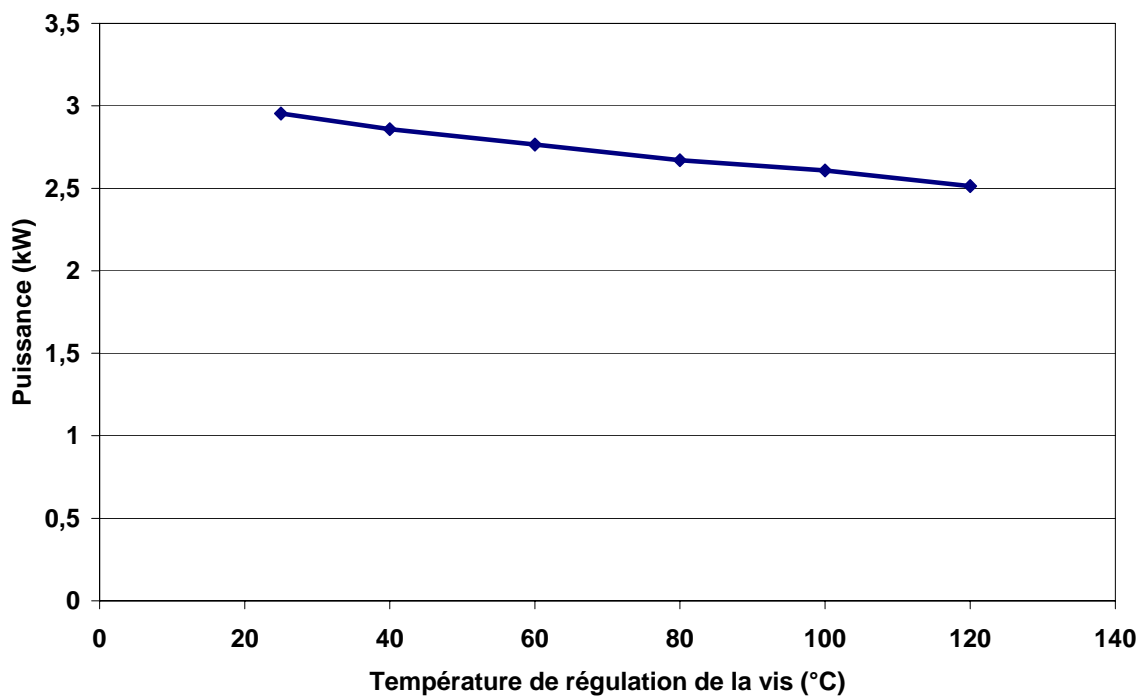


Figure 39: Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation de la vis

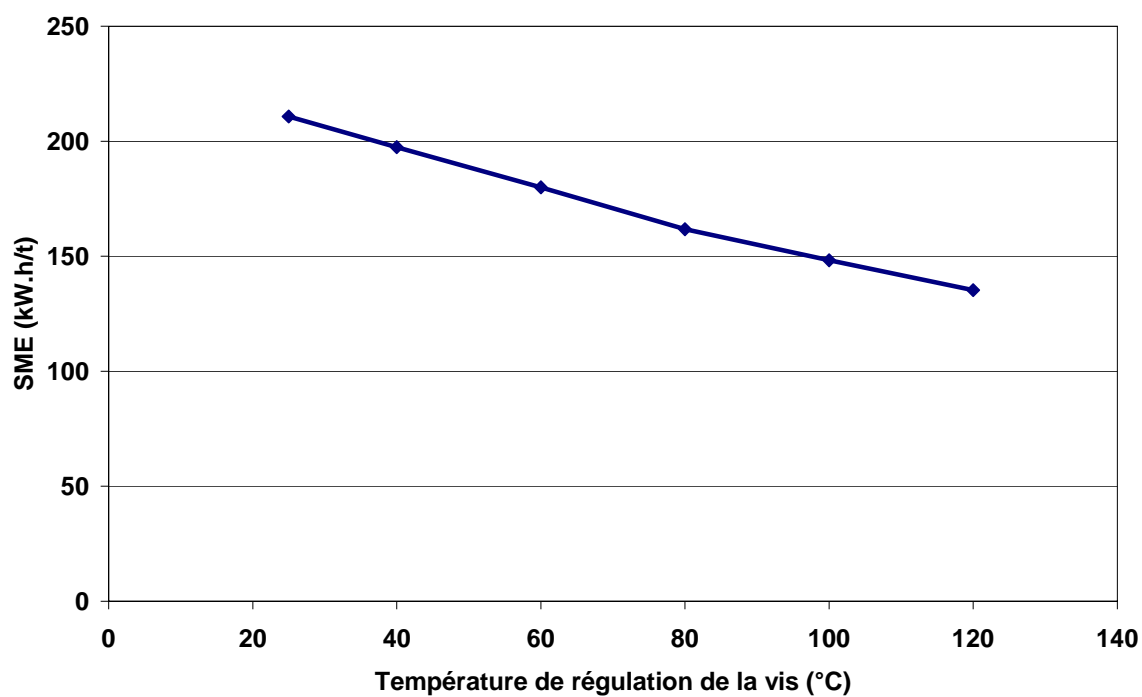


Figure 40: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation de la vis

Annexe VI.4. Influence de la température de régulation du fourreau

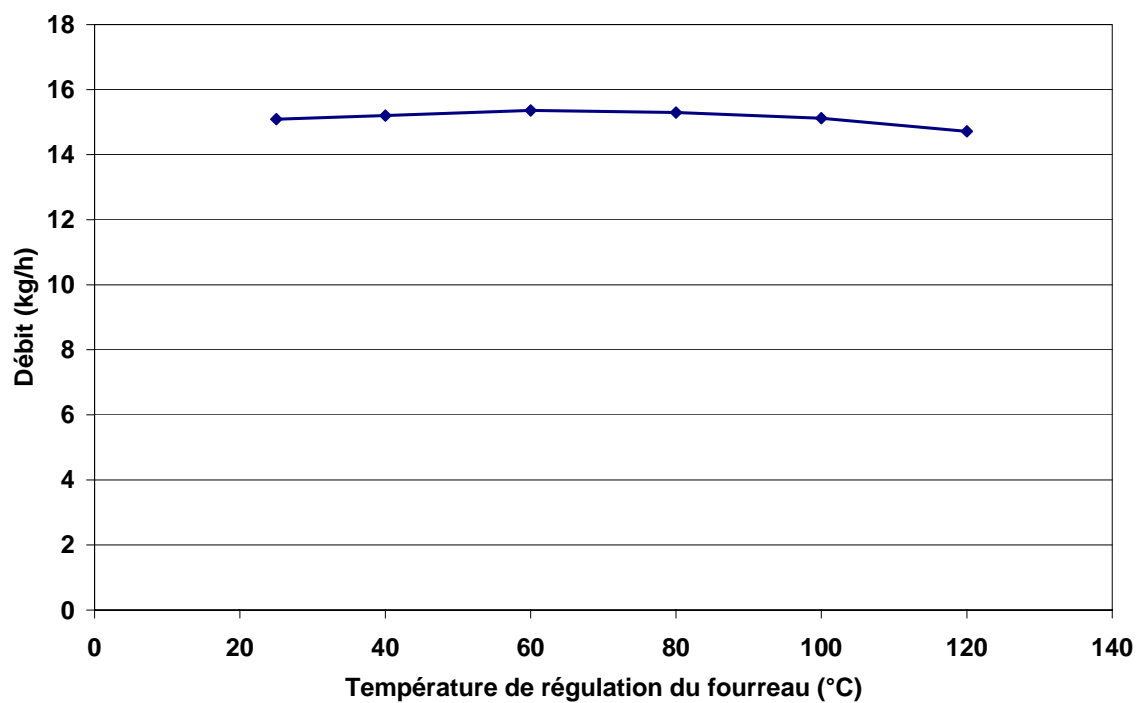


Figure 41: Evolution du débit en fonction de la température de régulation du fourreau

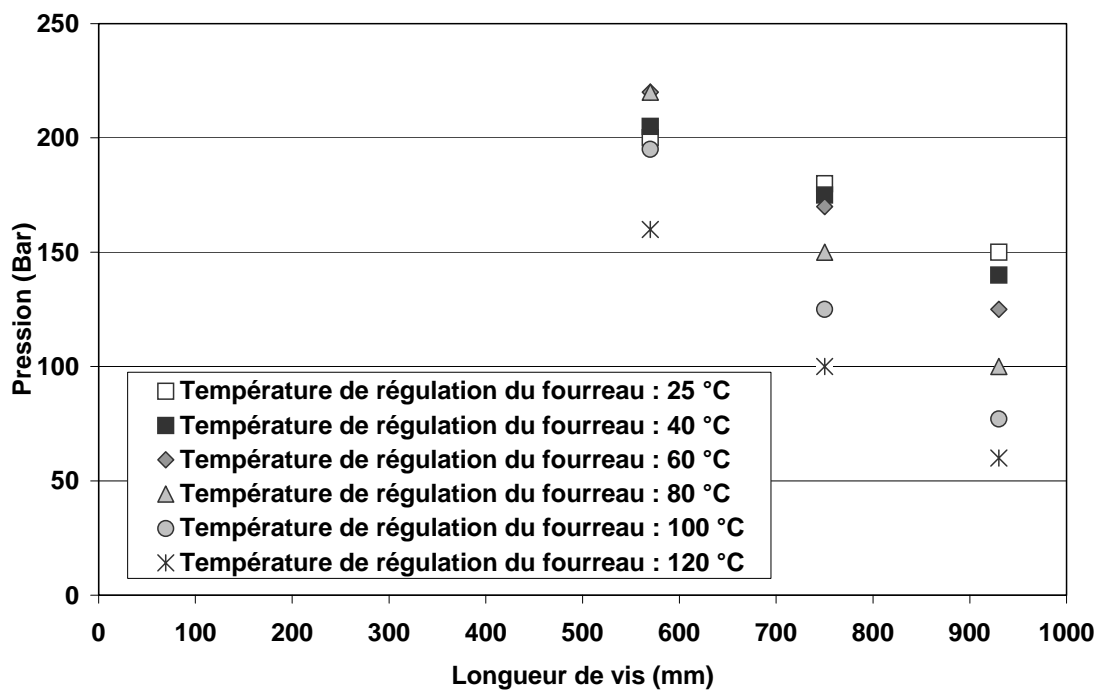


Figure 42: Evolution des pressions le long de la vis

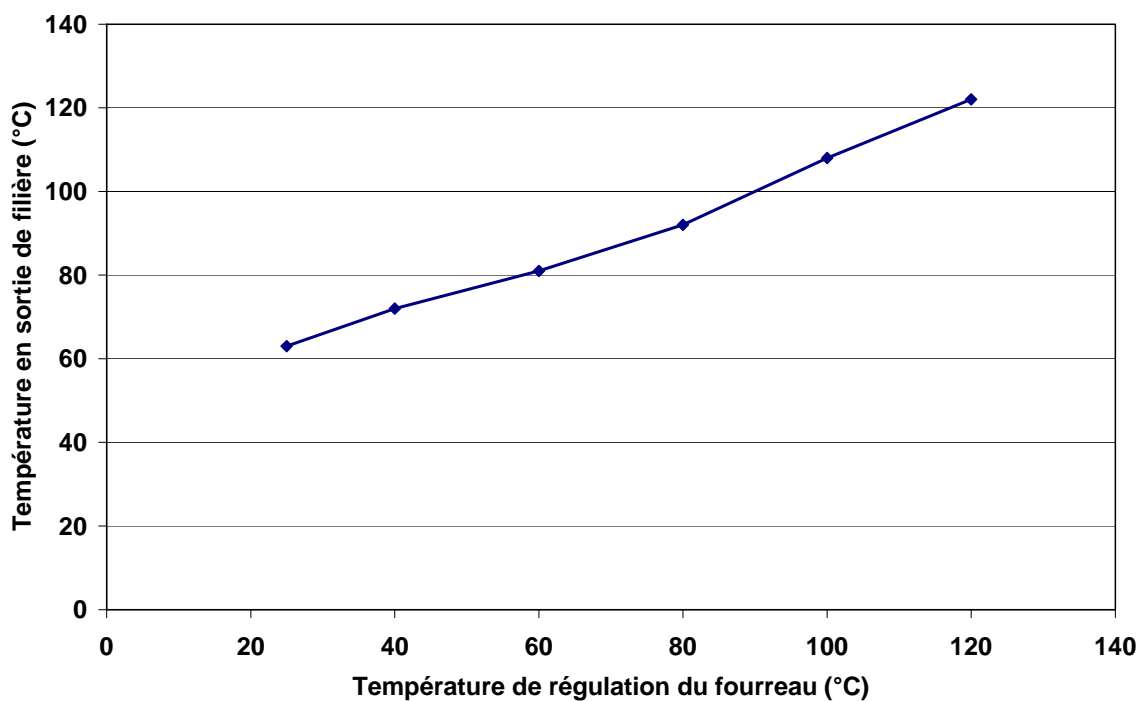


Figure 43: Evolution de la température en fonction de la température de régulation du fourreau

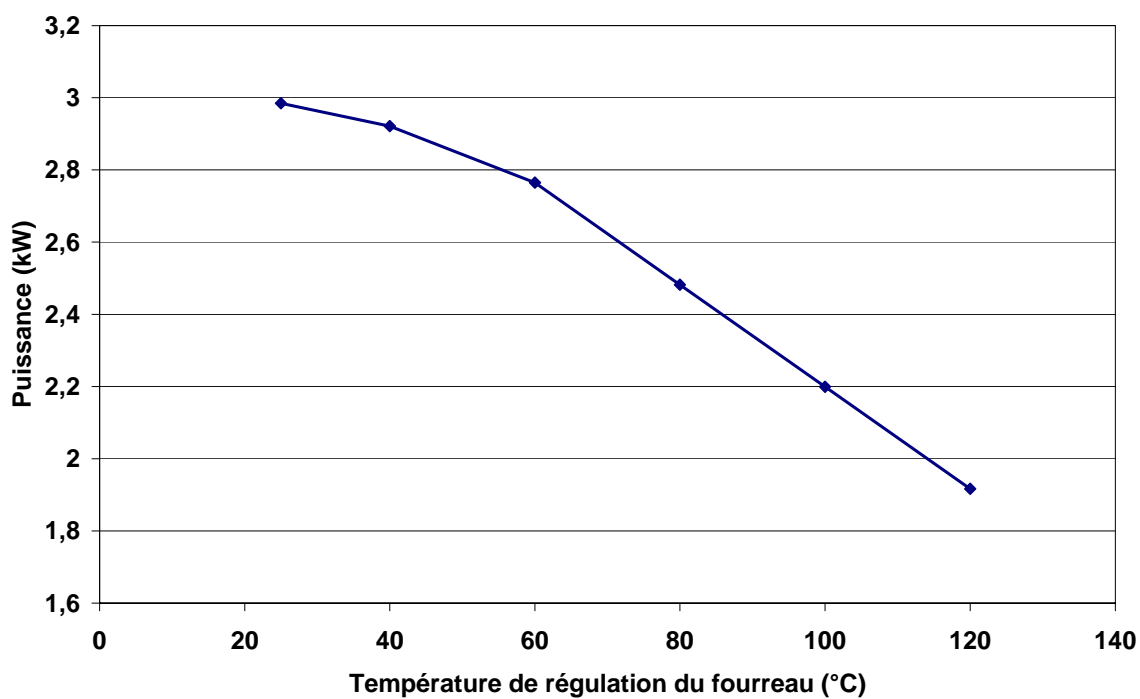


Figure 44: Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation du fourreau

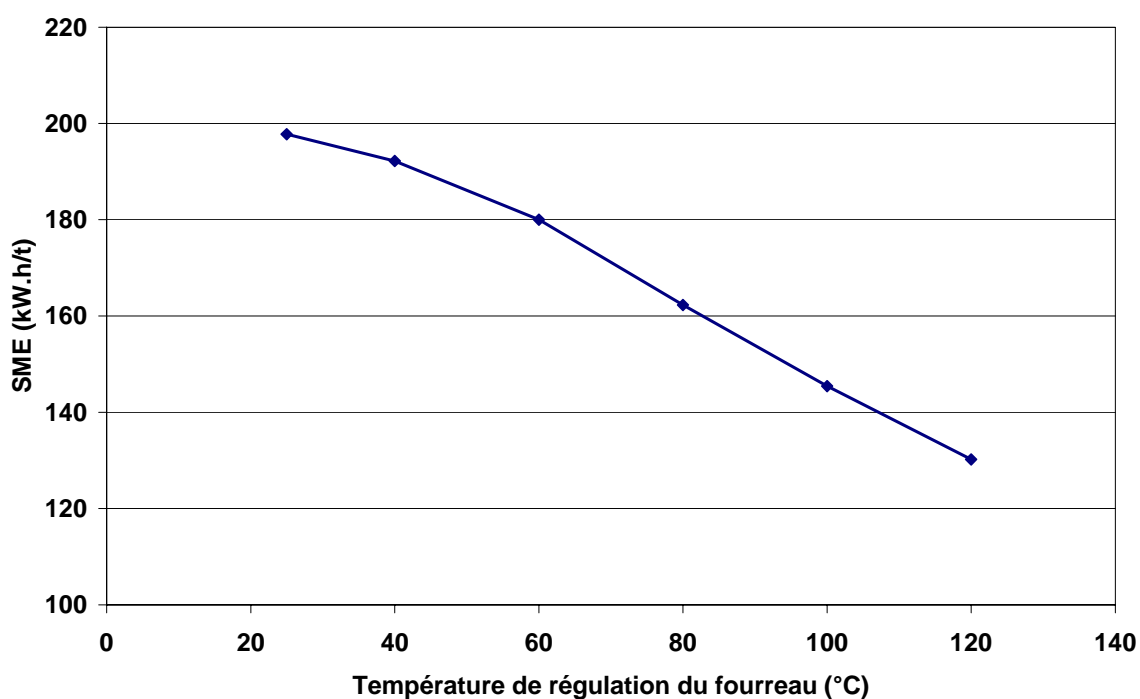


Figure 45: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation du fourreau

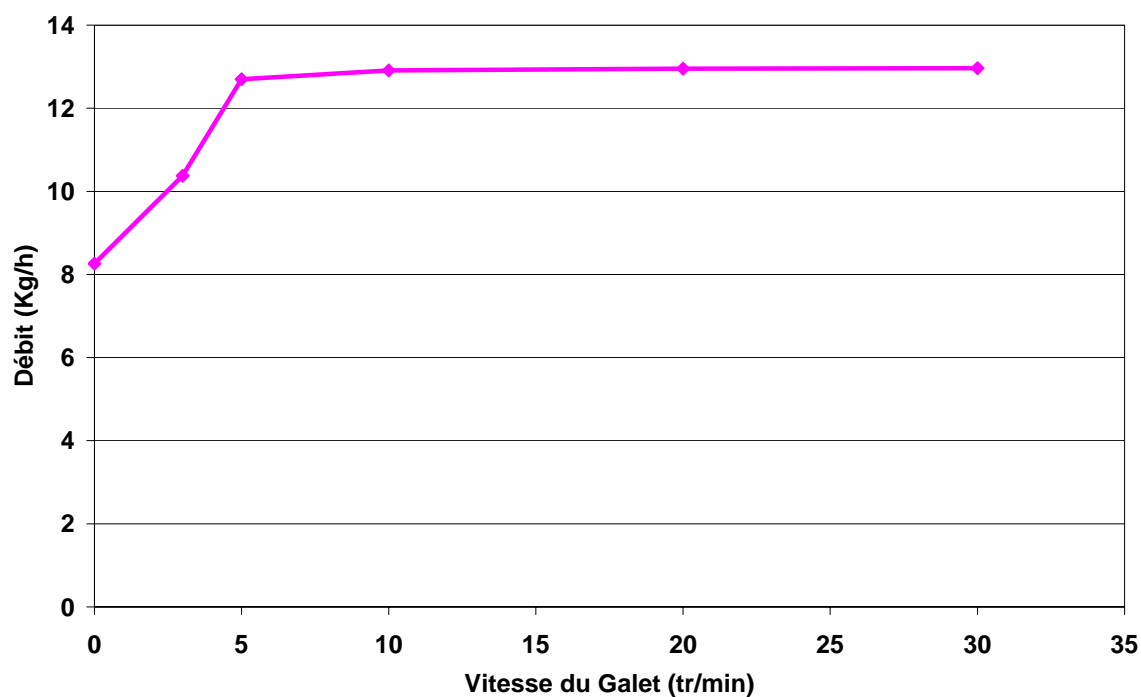
Annexe VII : Vis 2, Mélange A**Annexe VII.1. Influence de la vitesse du galet boursreur**

Figure 46: Evolution du débit en fonction de la vitesse du galet boursreur

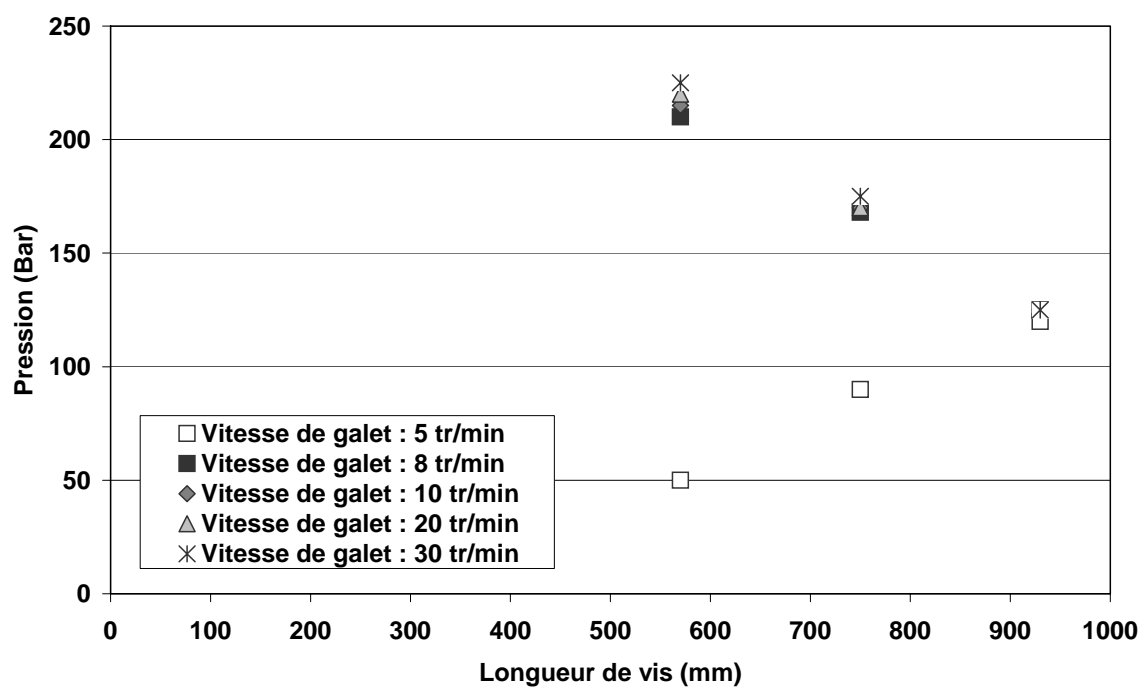


Figure 47: Evolution des pressions le long de la vis

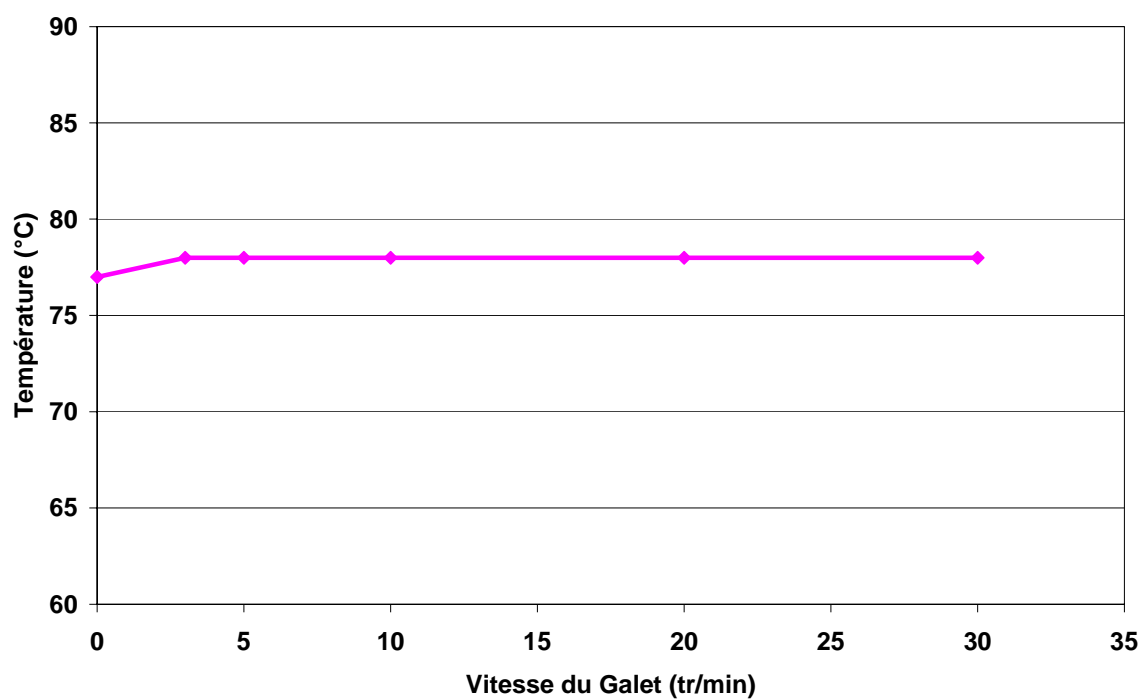


Figure 48: Evolution de la température en fonction de la vitesse du galet boursieur

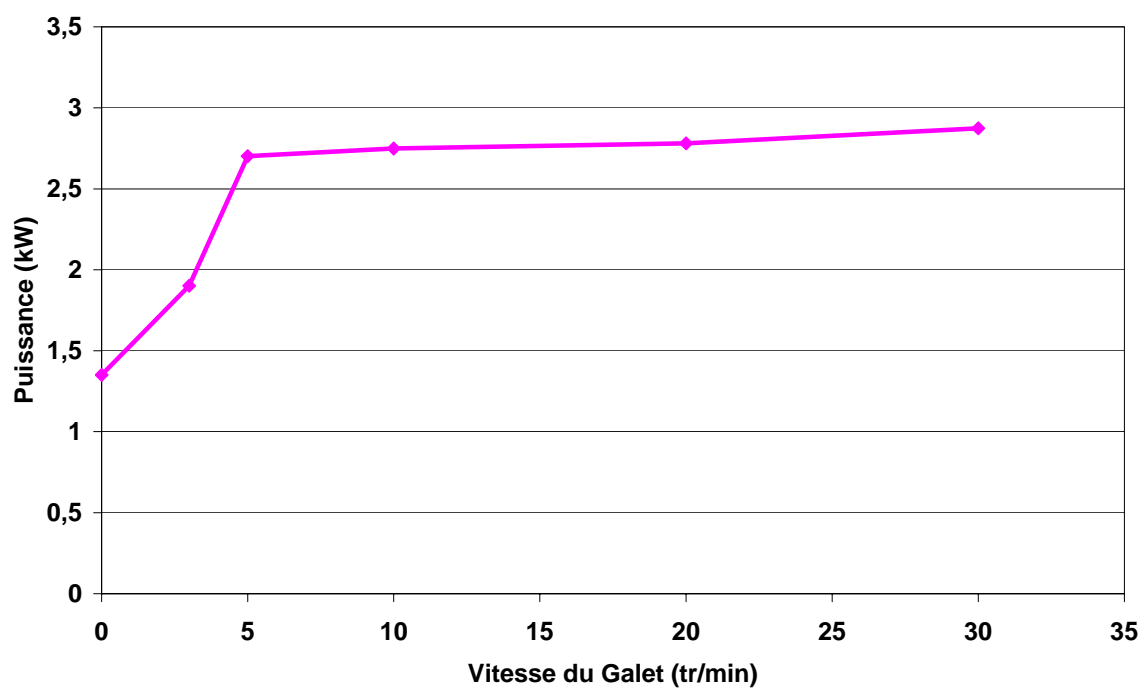


Figure 49: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse du galet boursieur

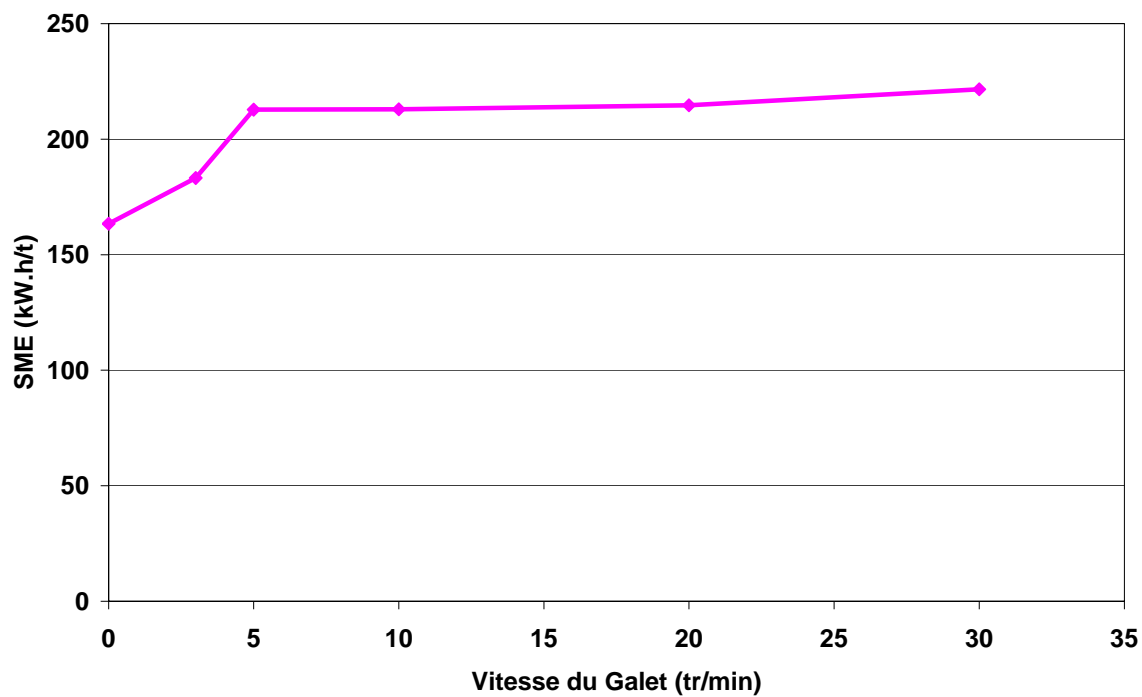


Figure 50: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse du galet burreur

Annexe VII.2. Influence de la vitesse de la vis

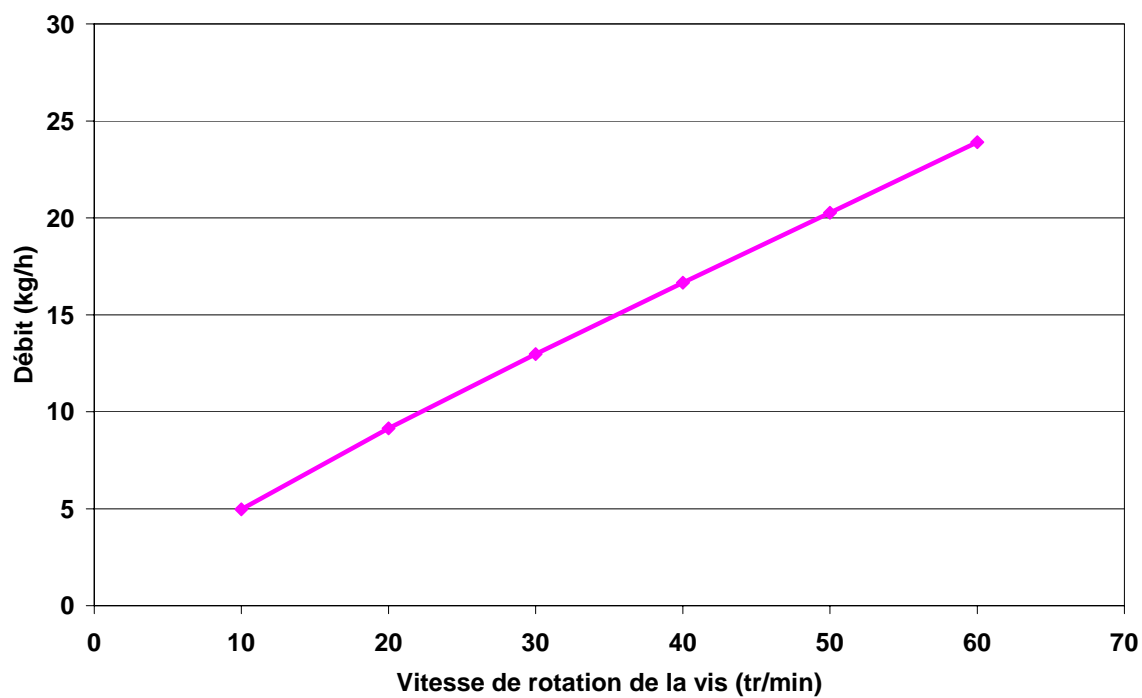


Figure 51: Evolution du débit en fonction de la vitesse de la vis

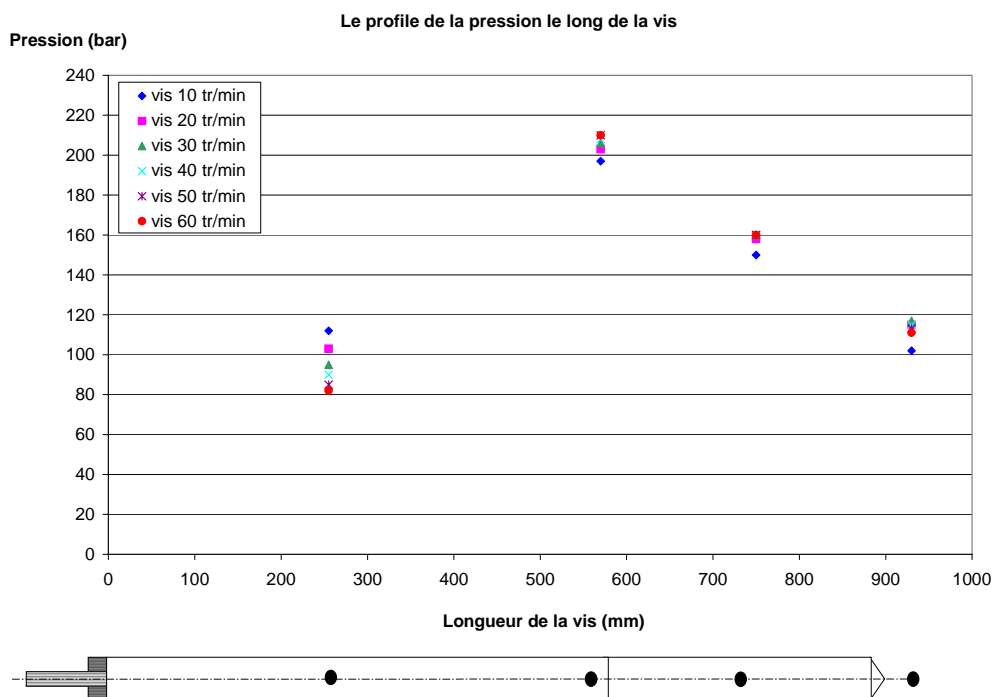


Figure 52: Evolution des pressions le long de la vis

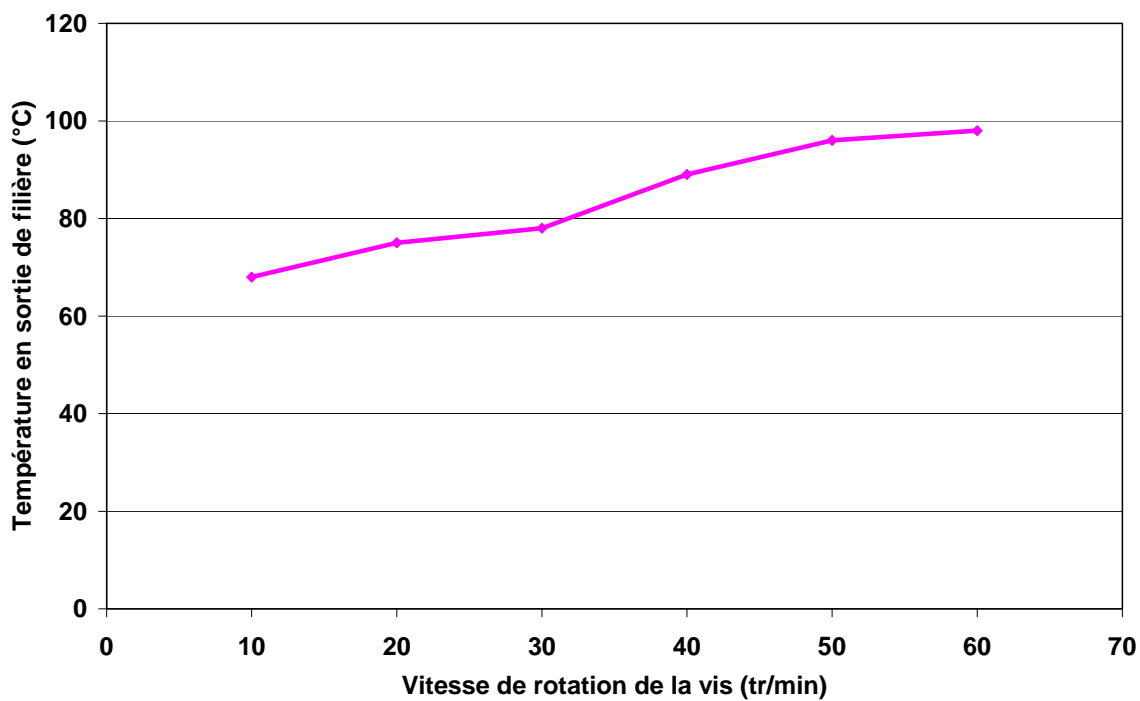


Figure 53: Evolution de la température en fonction de la vitesse de la vis

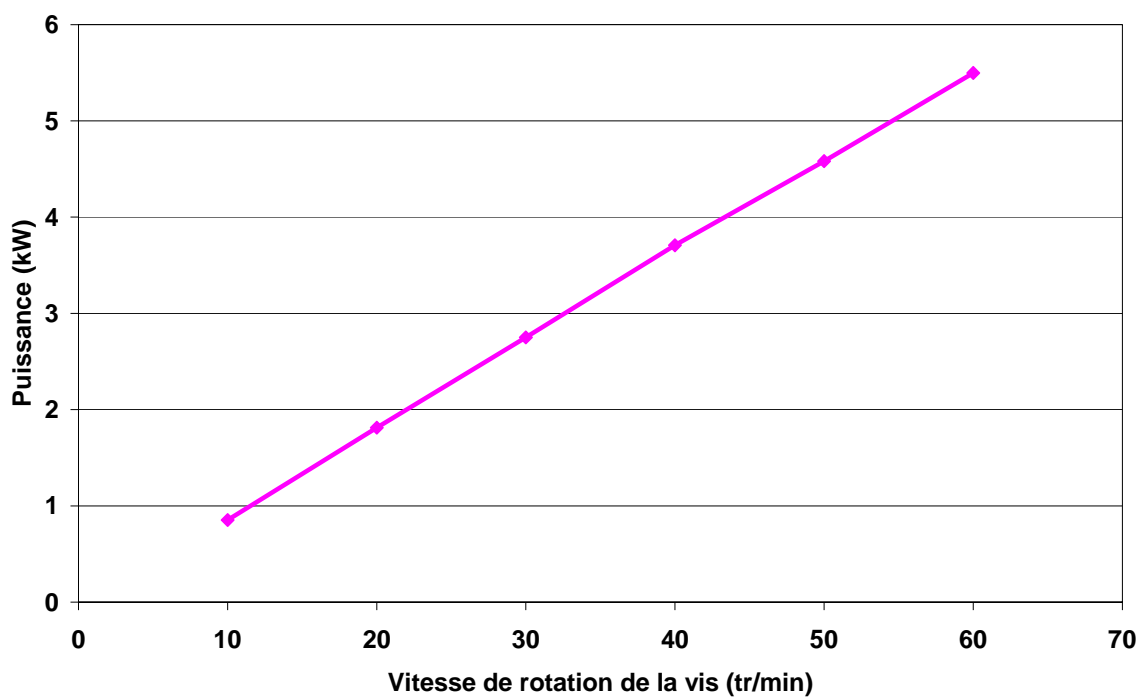


Figure 54: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de la vis

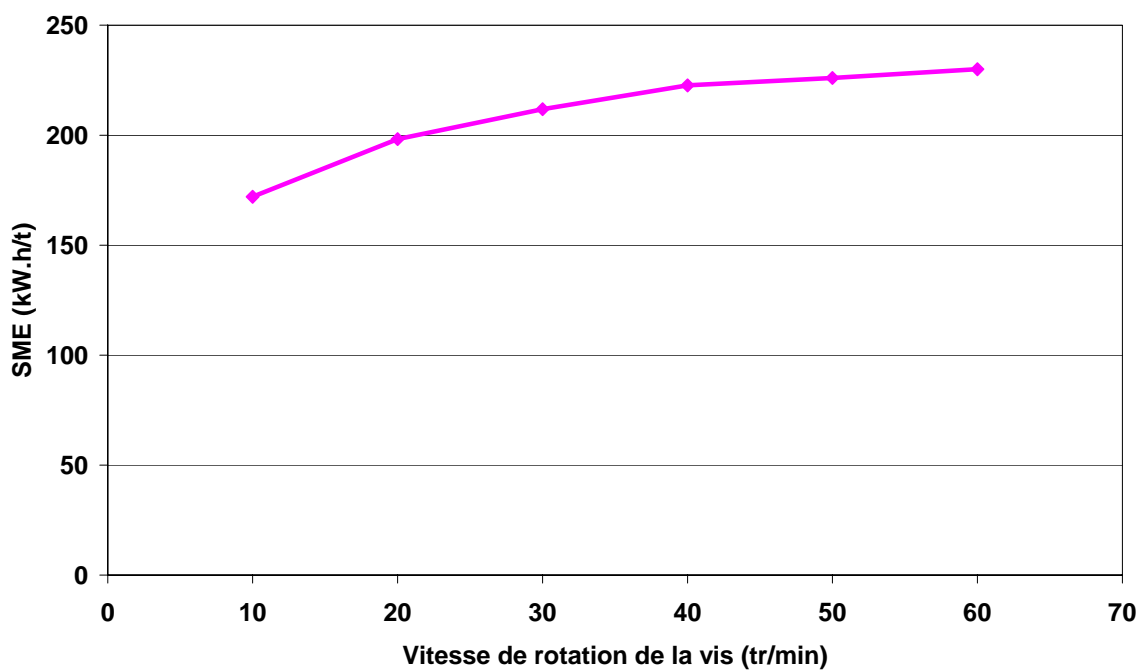
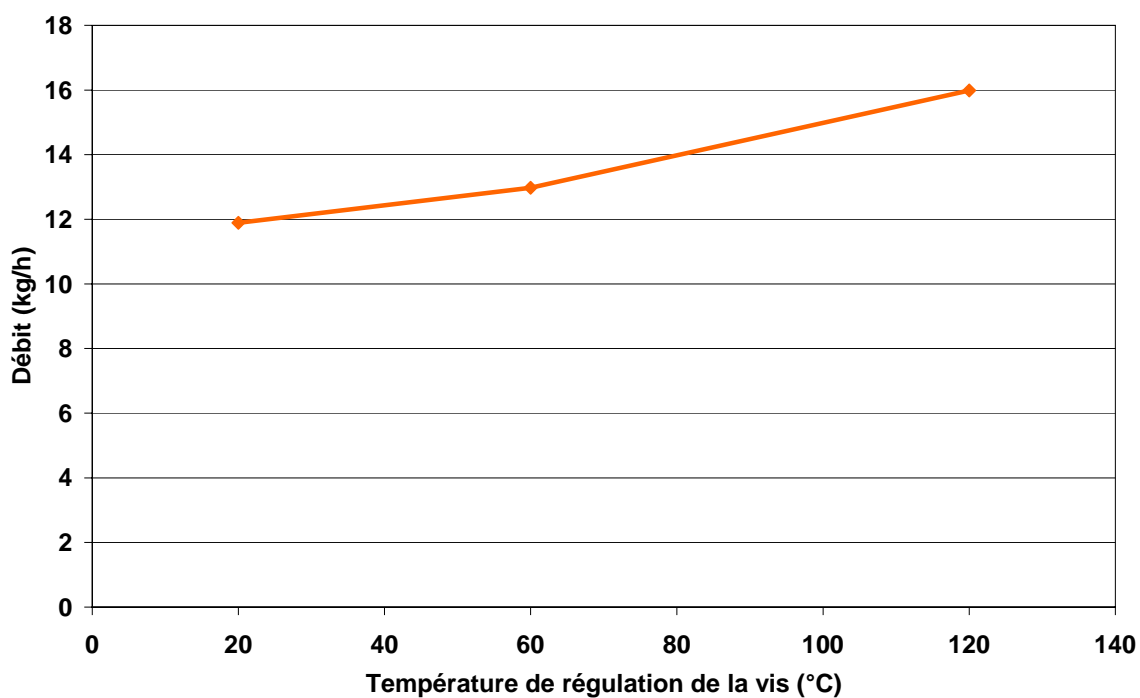
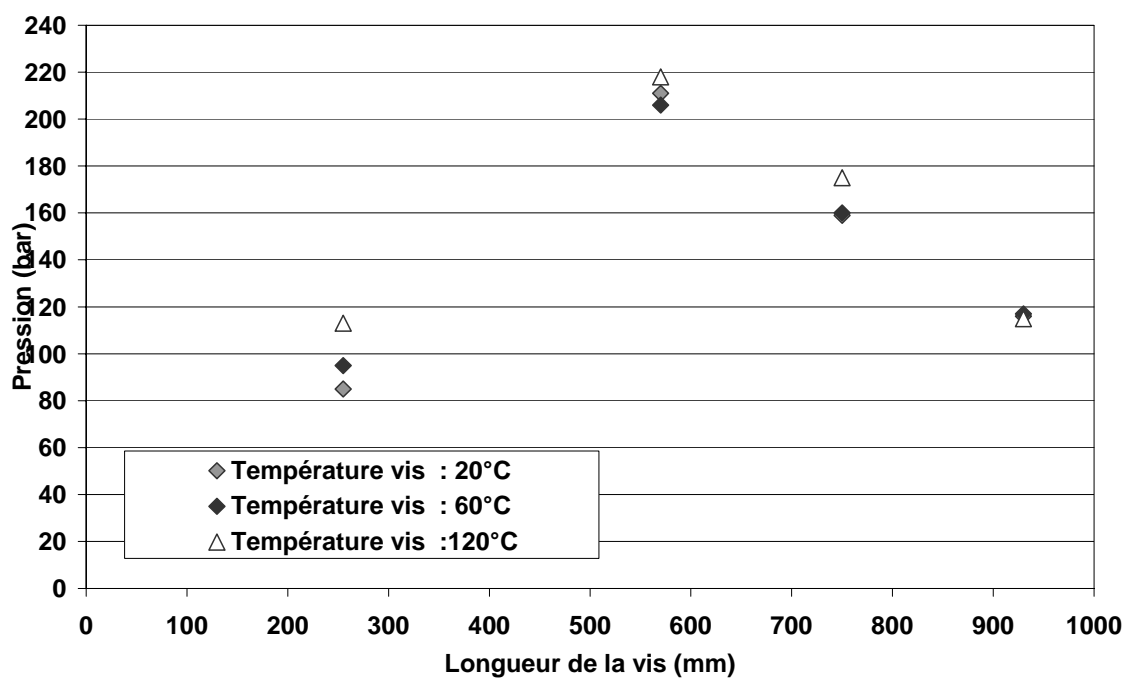


Figure 55: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de la vis

Annexe VII.3. Influence de la température de régulation de la vis**Figure 56: Evolution du débit en fonction de la température de régulation de la vis****Figure 57: Evolution des pressions le long de la vis**

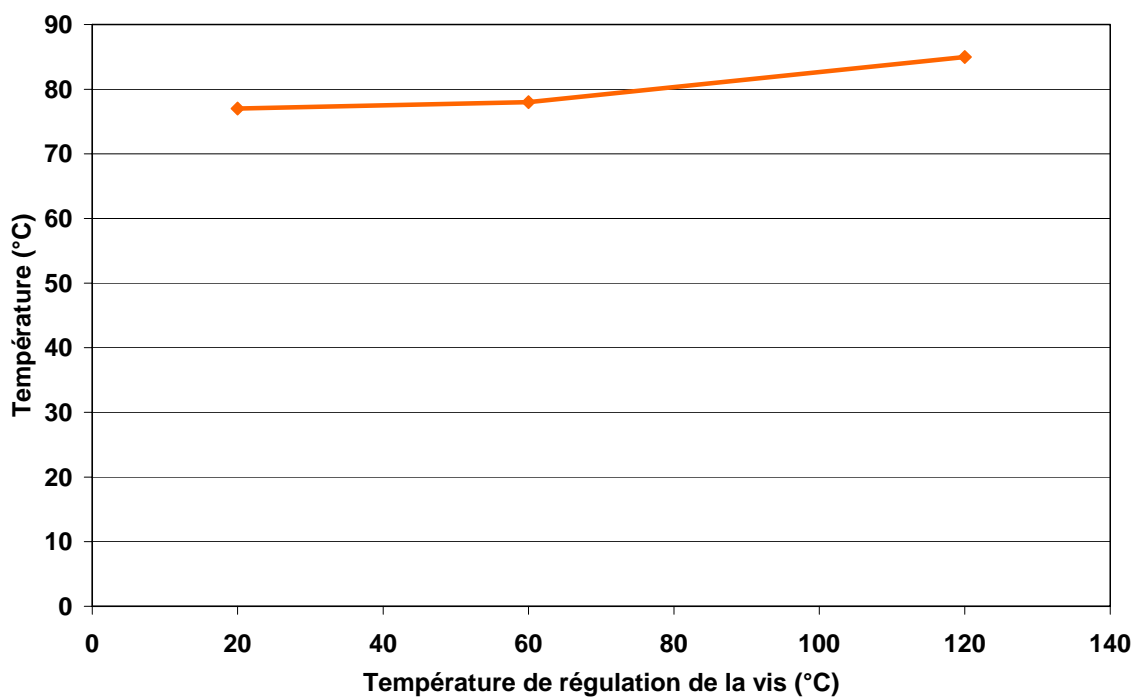


Figure 58: Evolution de la température en fonction de la température de régulation de la vis

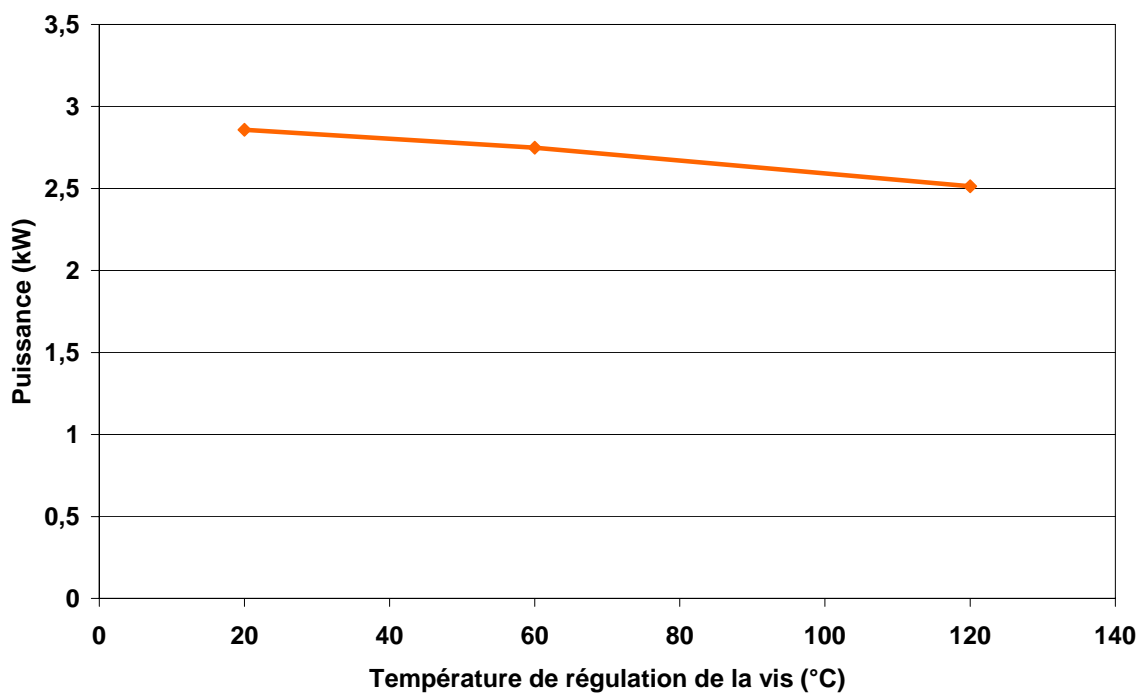


Figure 59: Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation de la vis

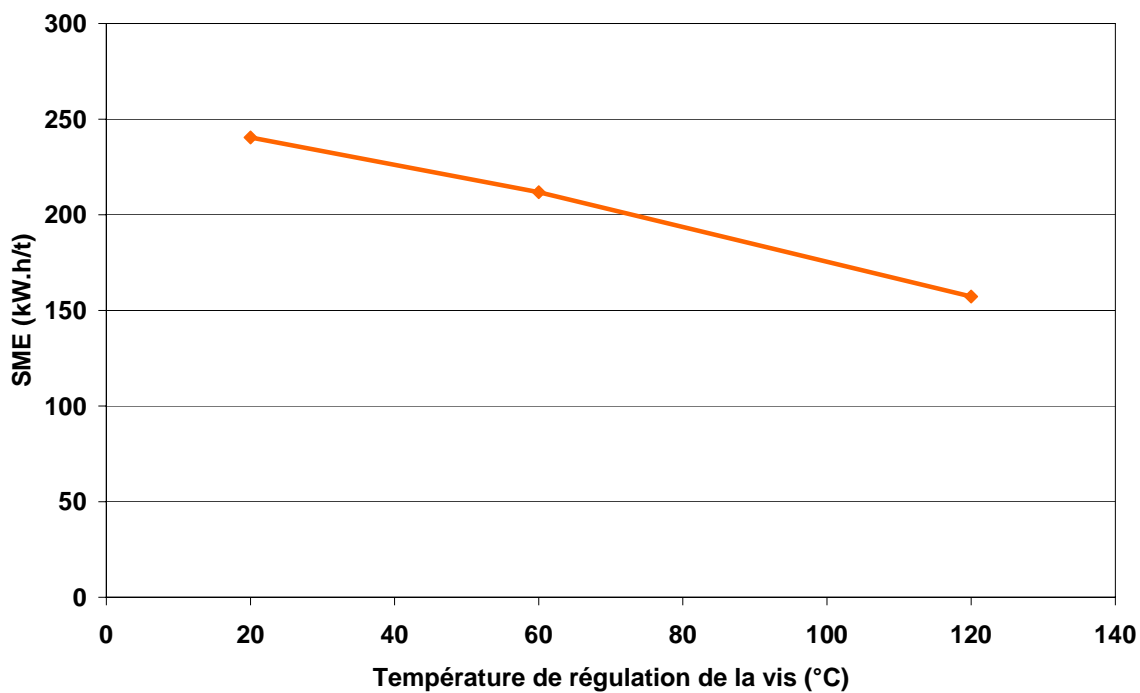


Figure 60: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation de la vis

Annexe VII.4. Influence de la température de régulation du fourreau

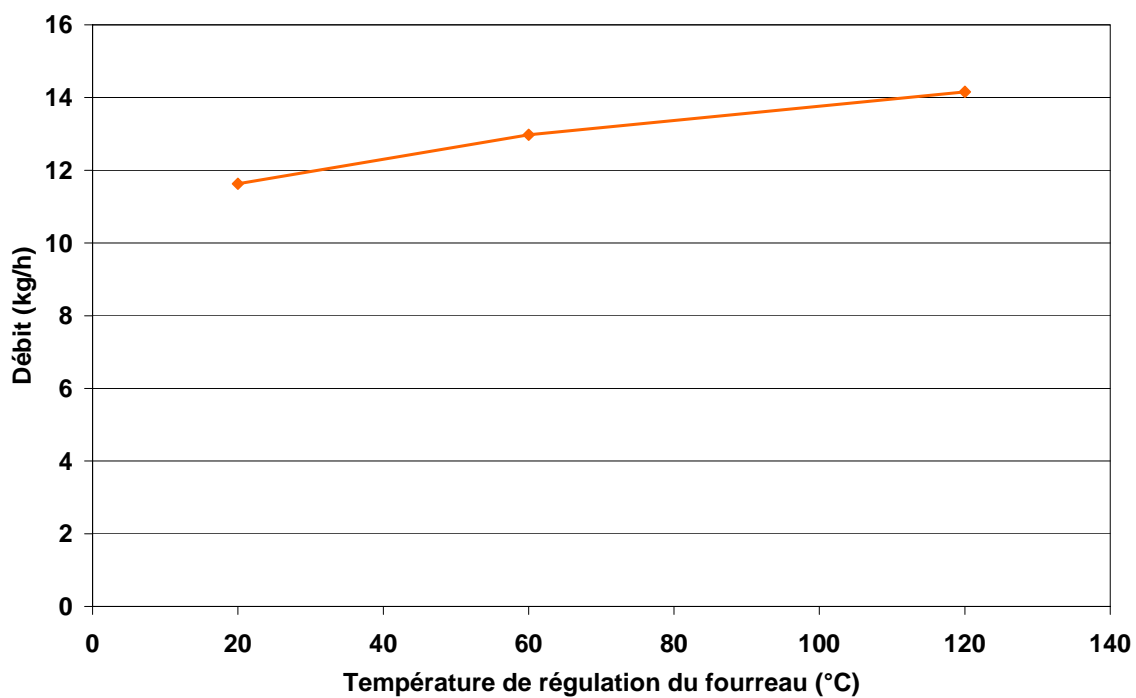


Figure 61: Evolution du débit en fonction de la température de régulation du fourreau

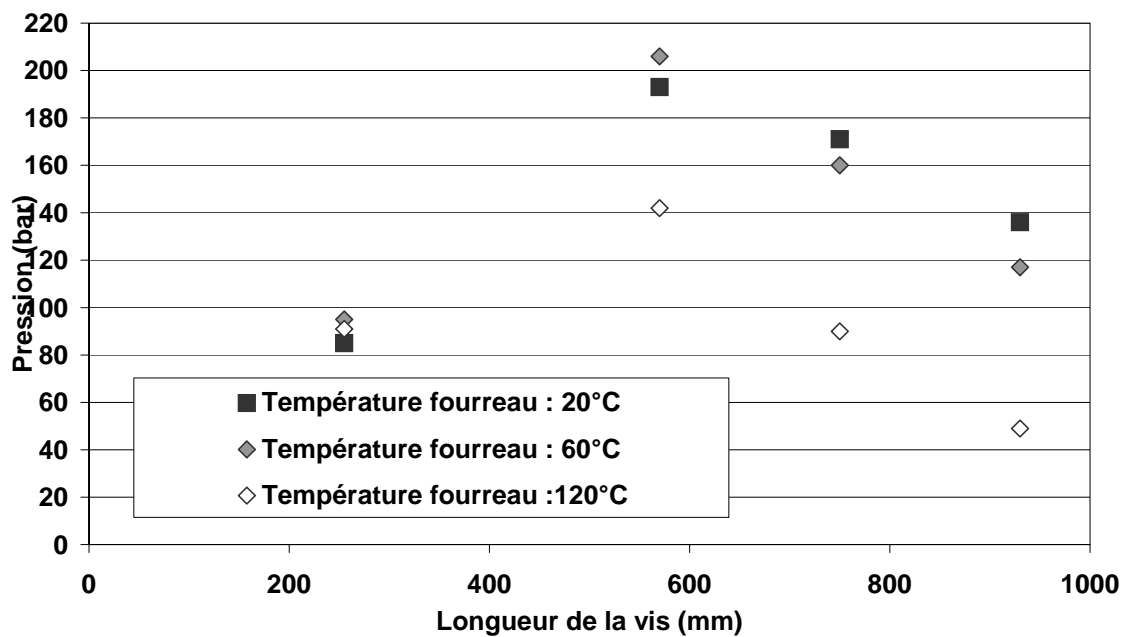


Figure 62: Evolution des pressions le long de la vis

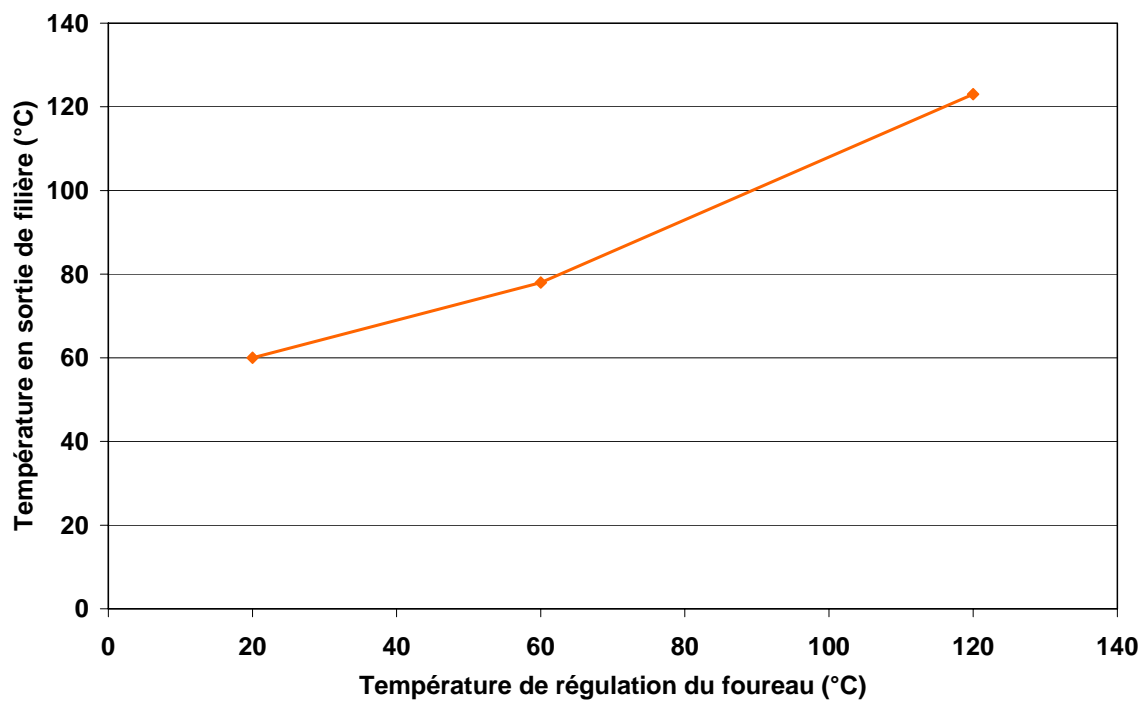


Figure 63: Evolution de la température en fonction de la température de régulation du fourneau

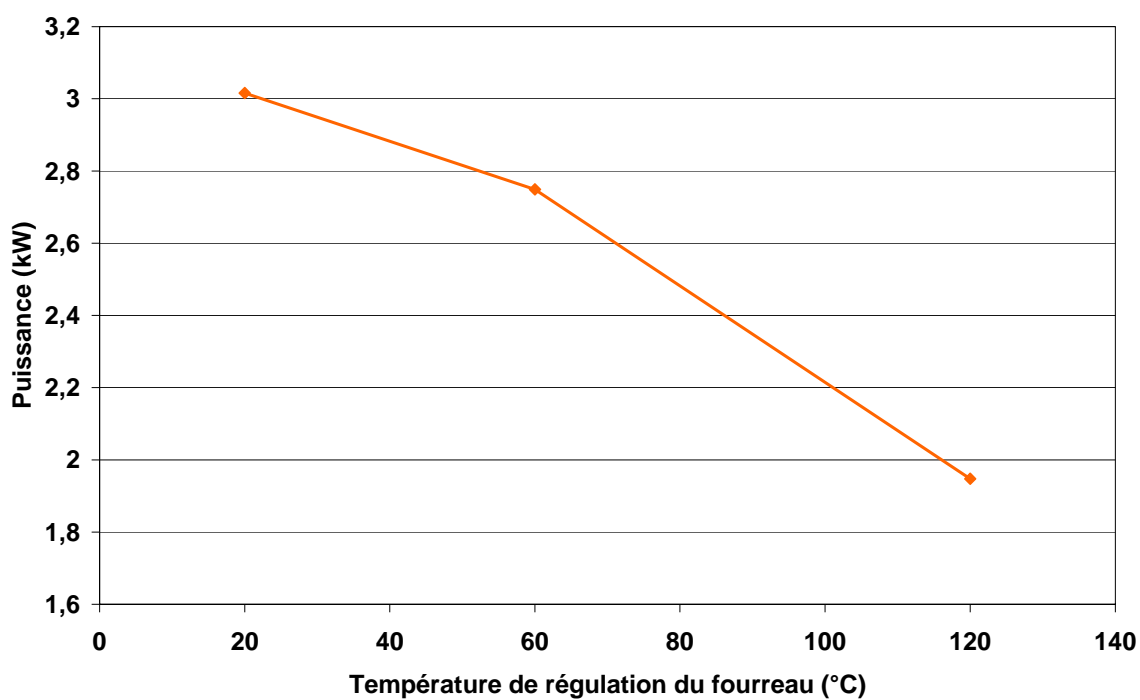


Figure 64: Evolution de la puissance en fonction de la température de régulation du fourreau

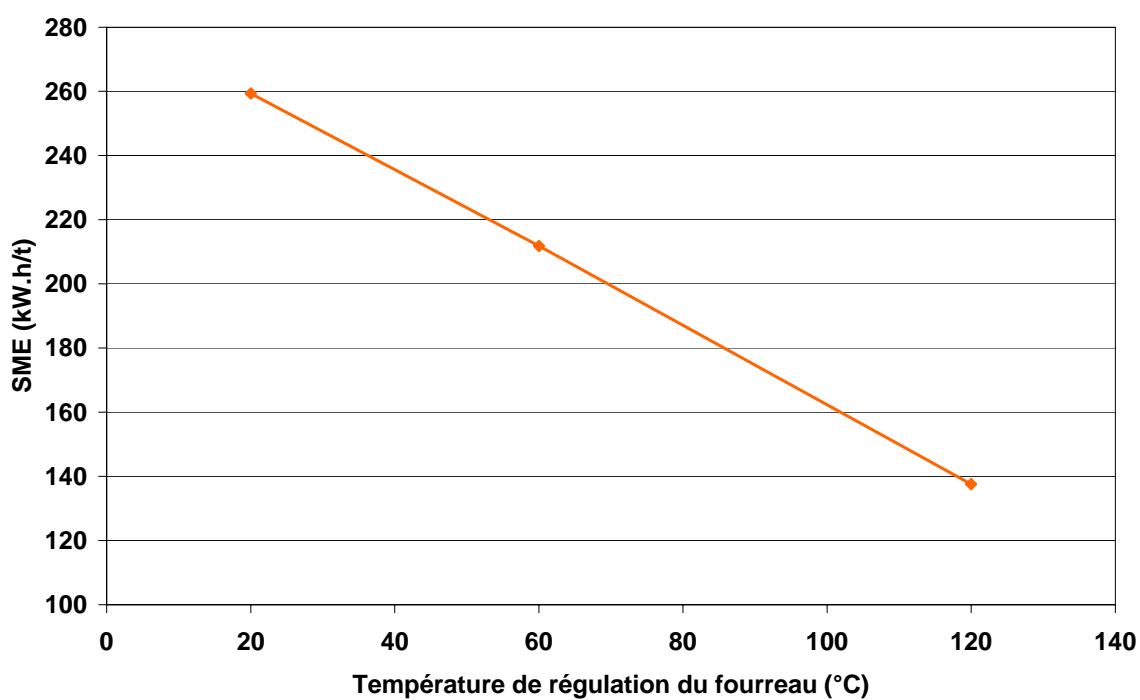


Figure 65: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la température de régulation du fourreau

Annexe VIII : Vis type VAK, Mélange A

Annexe VIII.1. Influence de la vitesse de rotation du galet boursieur

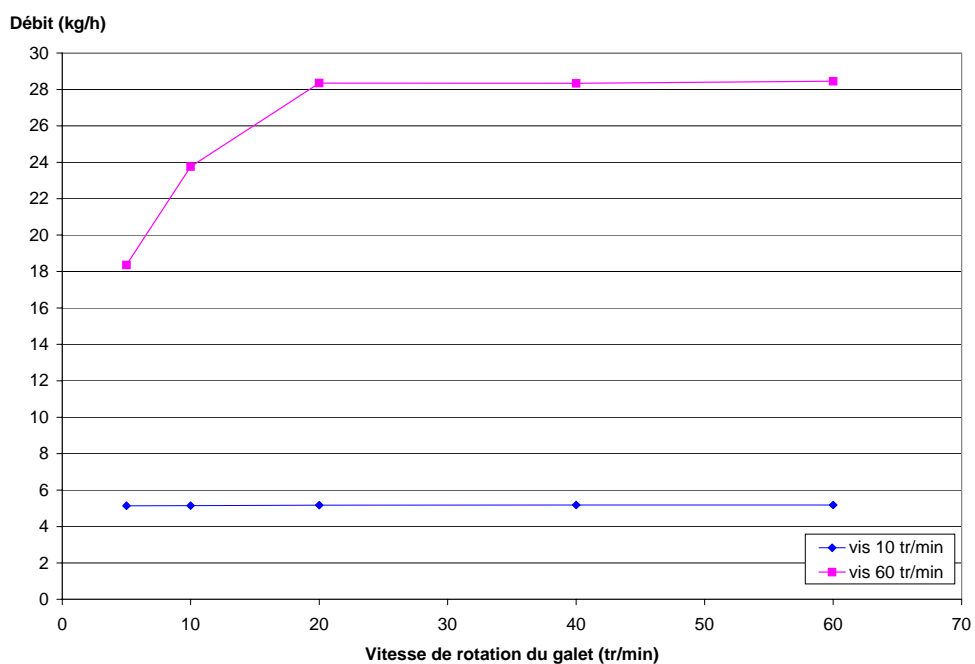


Figure 66: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet boursieur

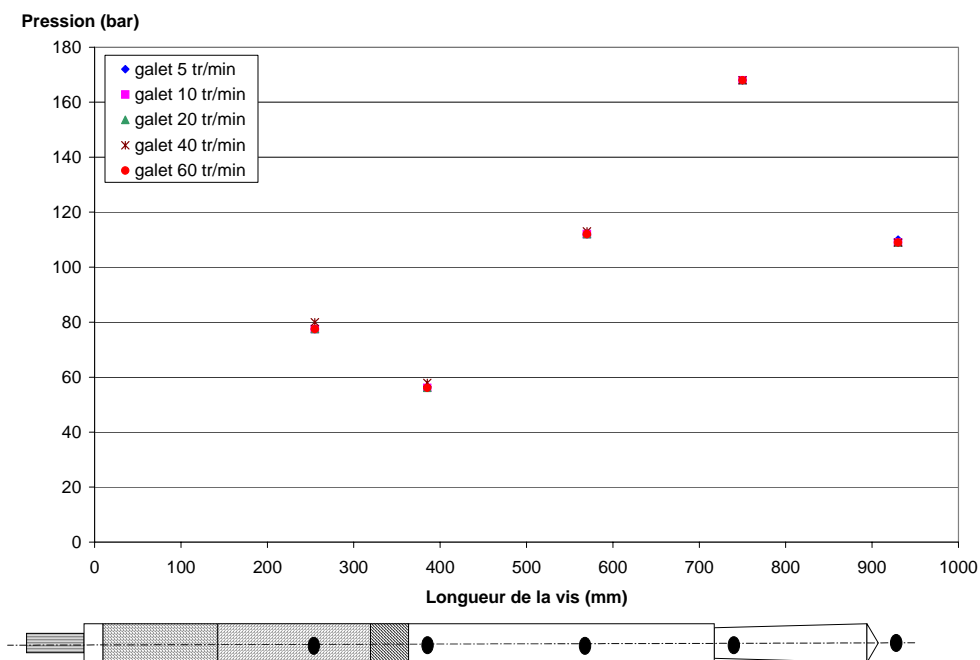


Figure 67: Evolution des pressions le long de la vis (vis 10tr/min)

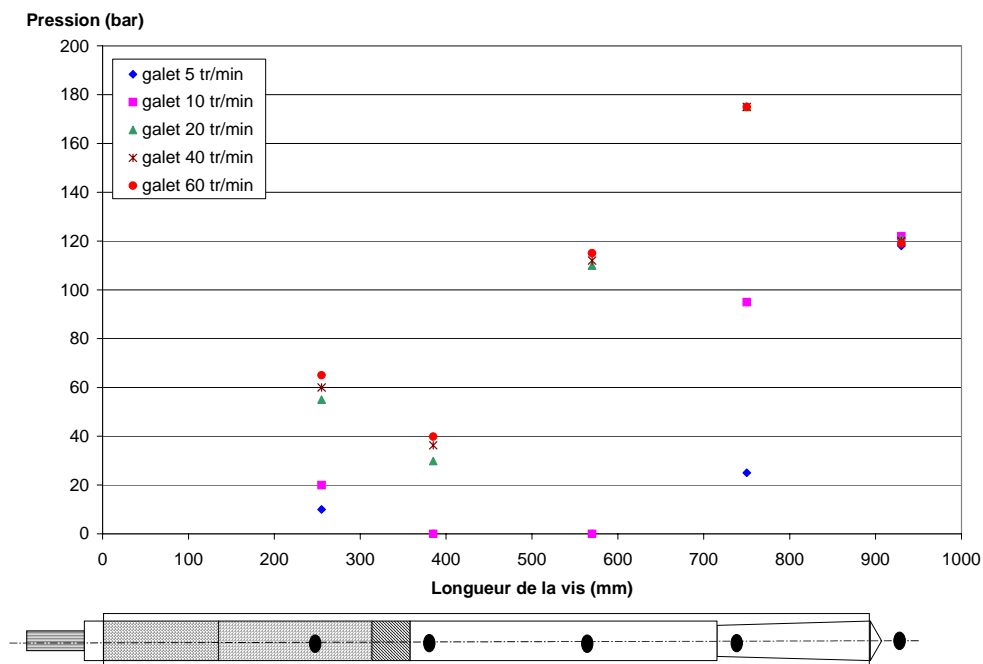


Figure 68: Evolution des pressions le long de la vis (vis 60tr/min)

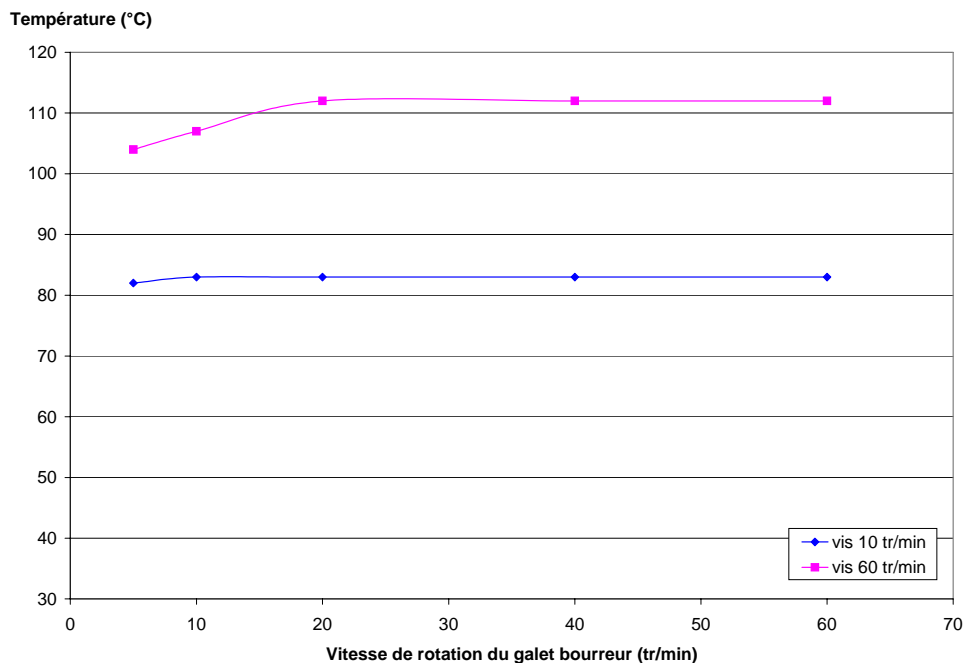


Figure 69: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation du galet bourreur

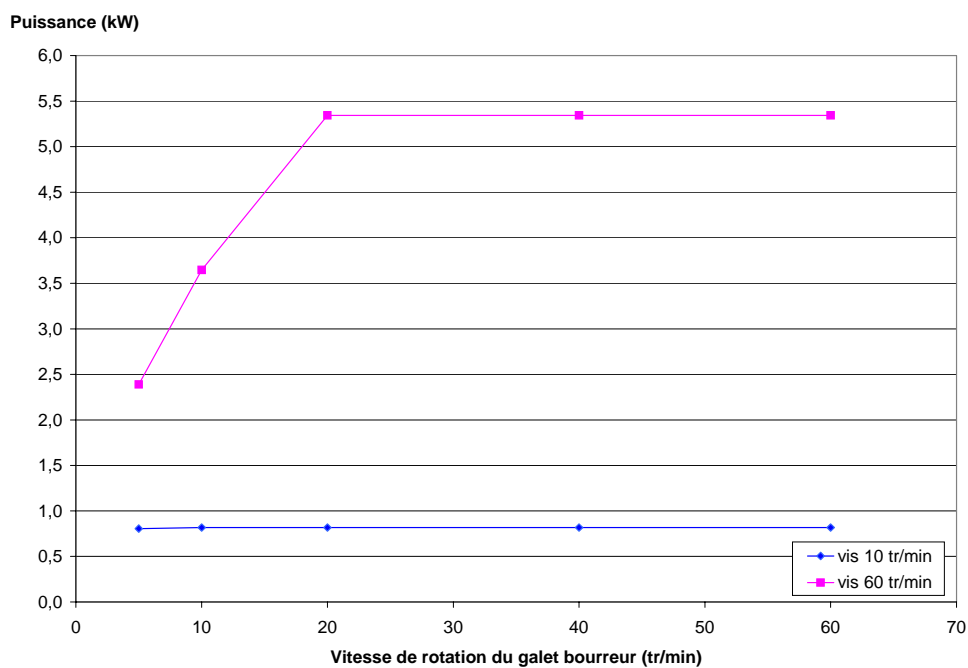


Figure 70: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

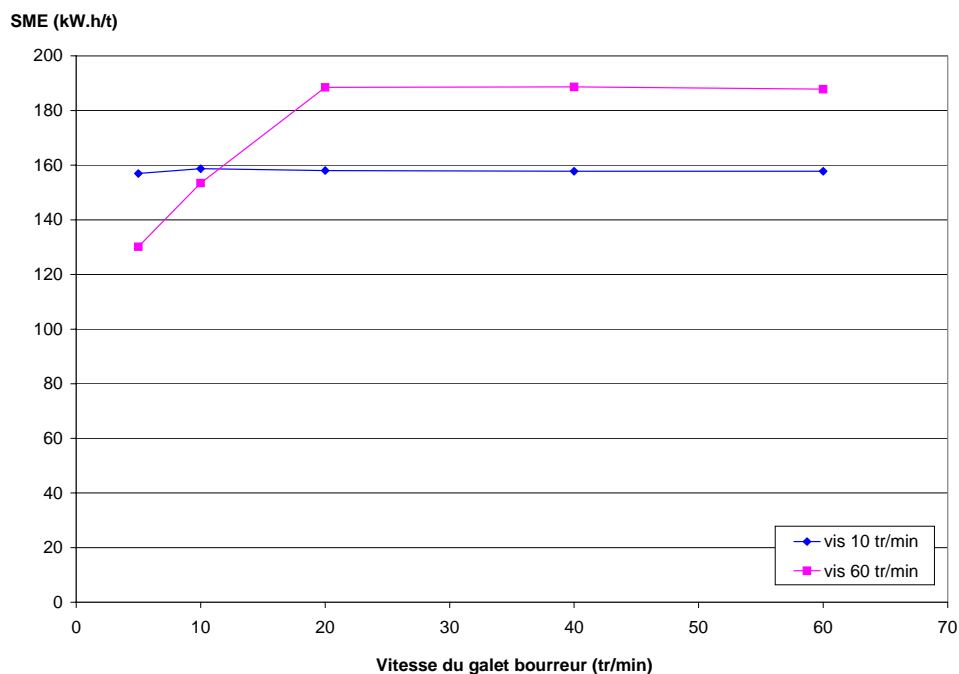
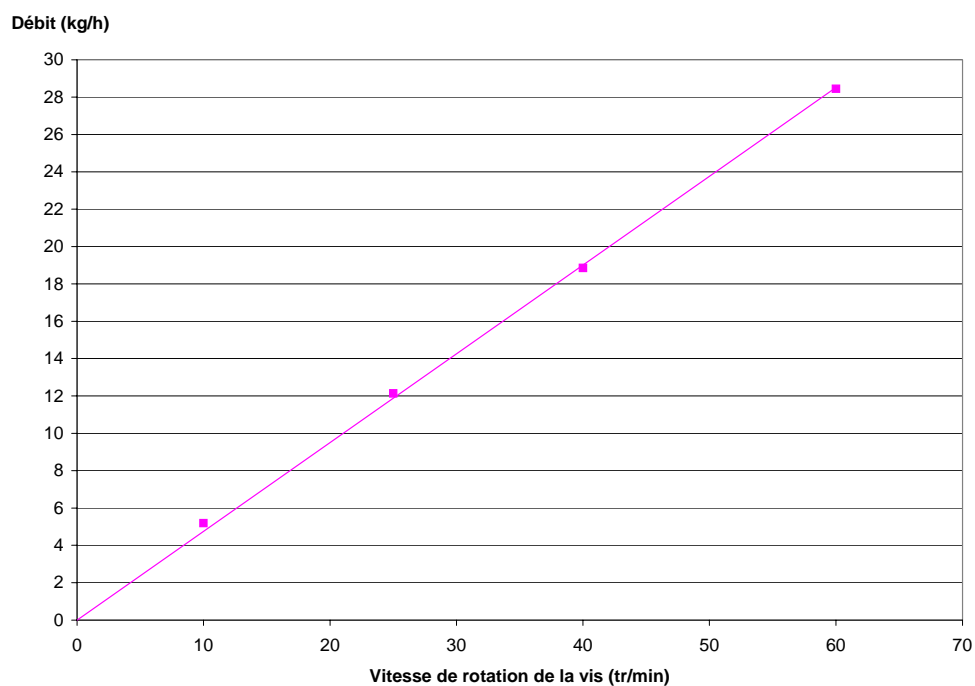
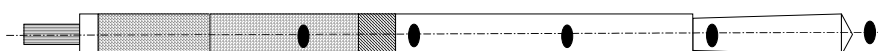
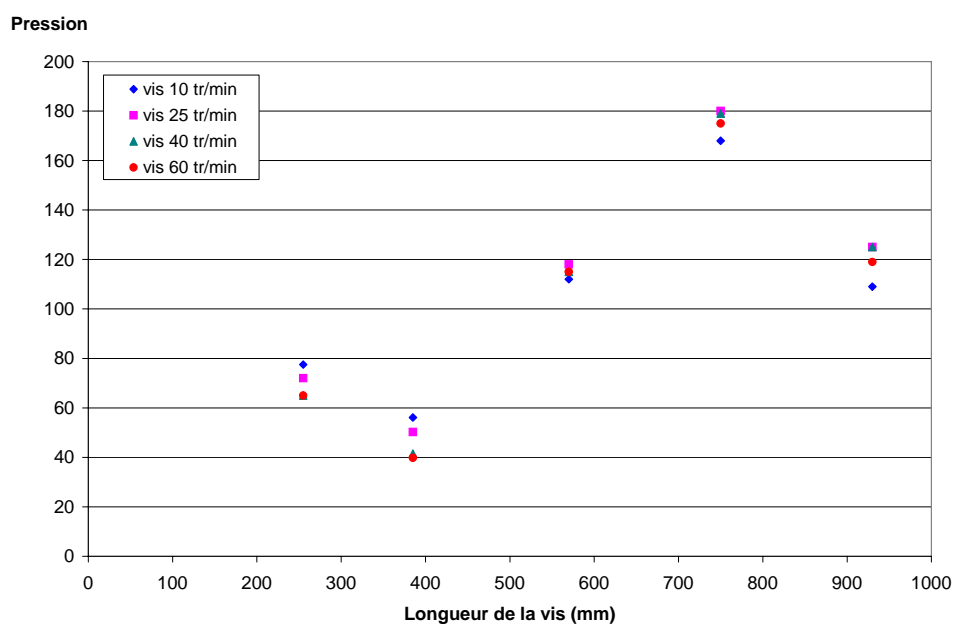


Figure 71: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

Annexe VIII.2. , Influence de la vitesse de rotation de la vis**Figure 72: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis****Figure 73: Evolution des pressions le long de la vis**

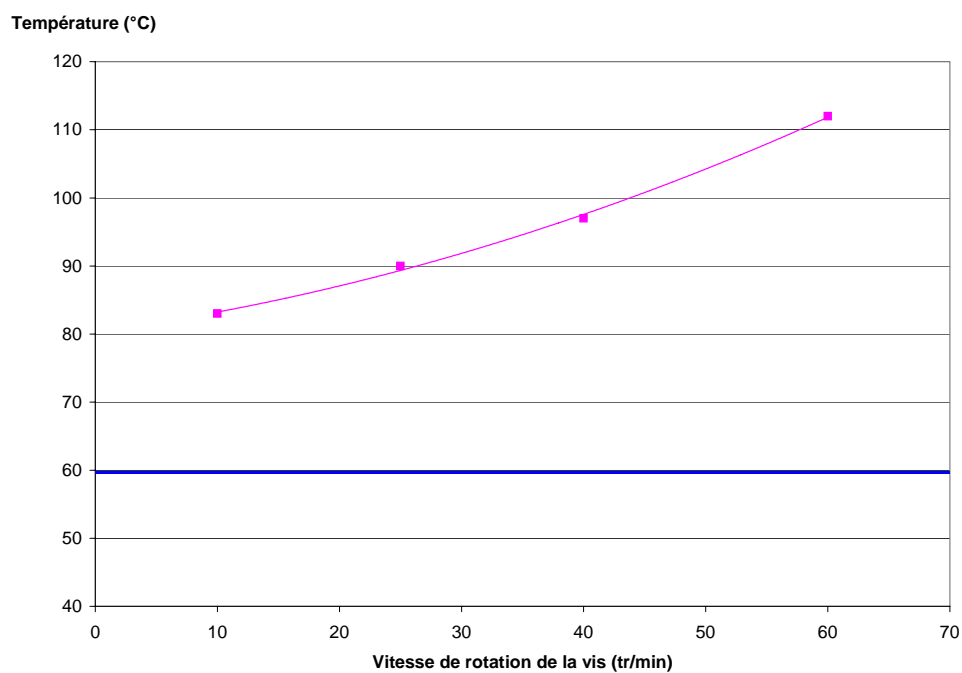


Figure 74: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

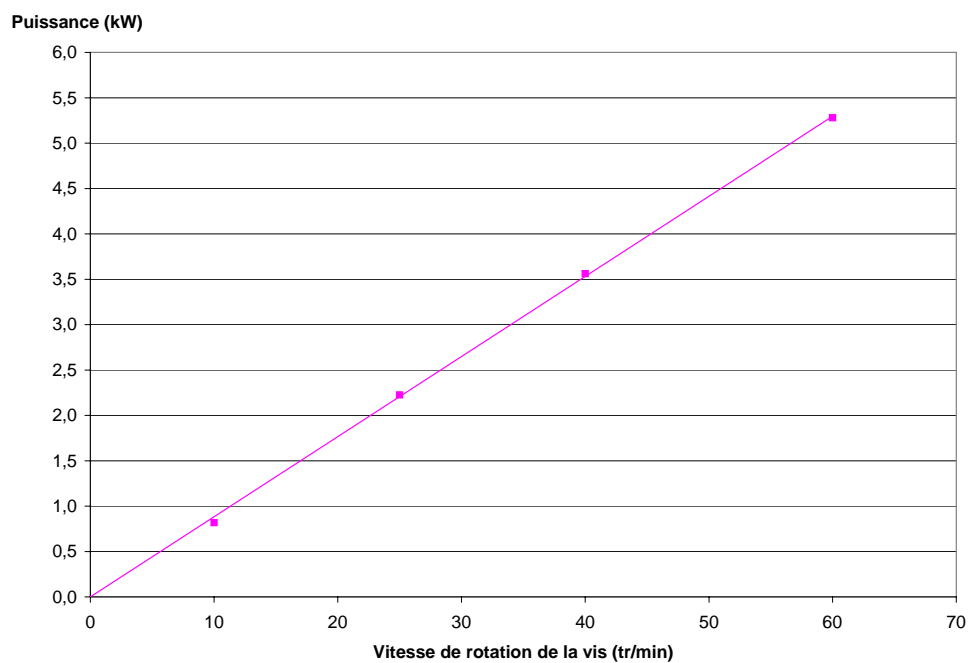


Figure 75: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

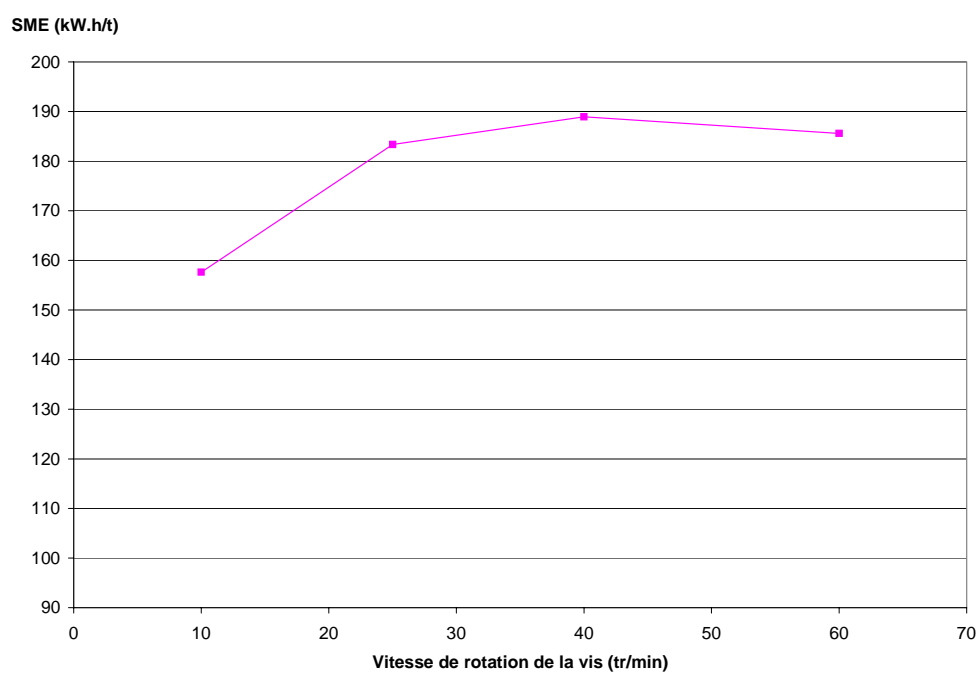


Figure 76: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Annexe IX : Vis type MZS, Mélange A

Annexe IX.1. Influence de la vitesse de rotation du galet boursur

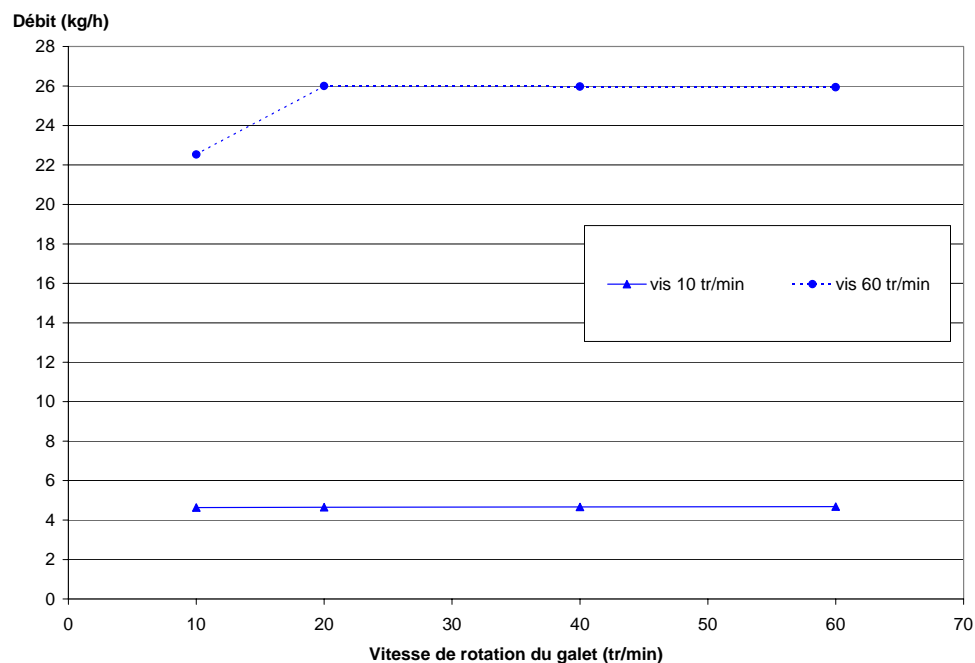


Figure 77: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet boursur

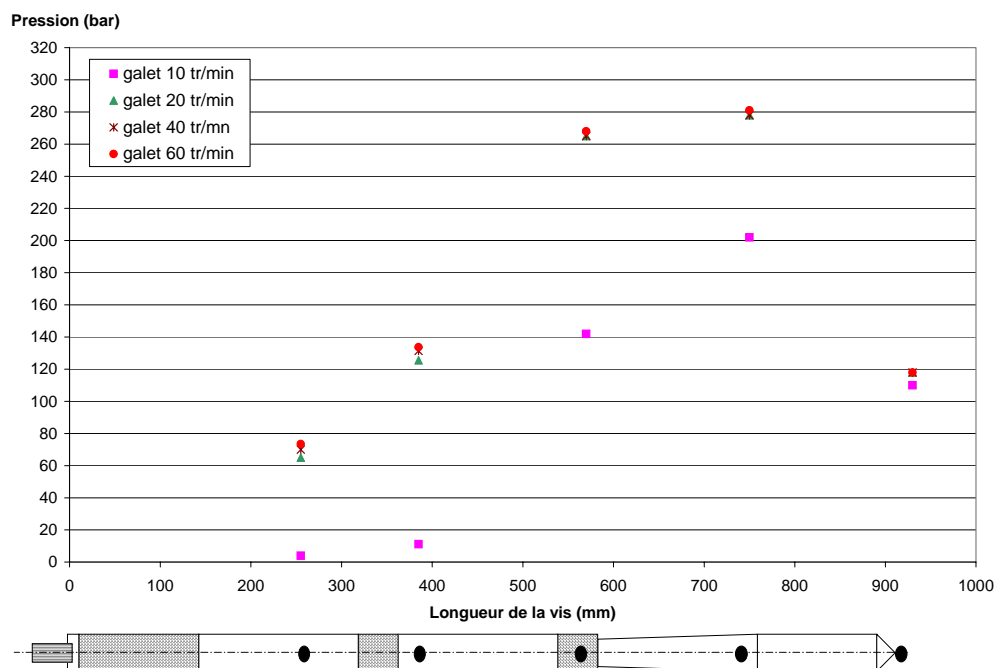


Figure 78: Evolution des pressions le long de la vis (vis 60 tr/min)

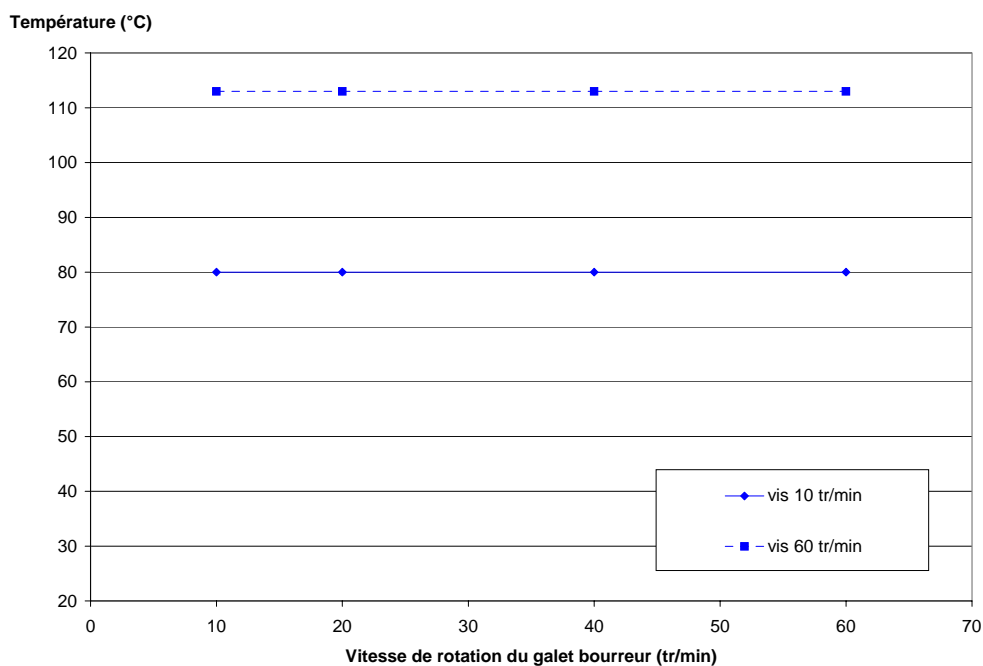


Figure 79: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

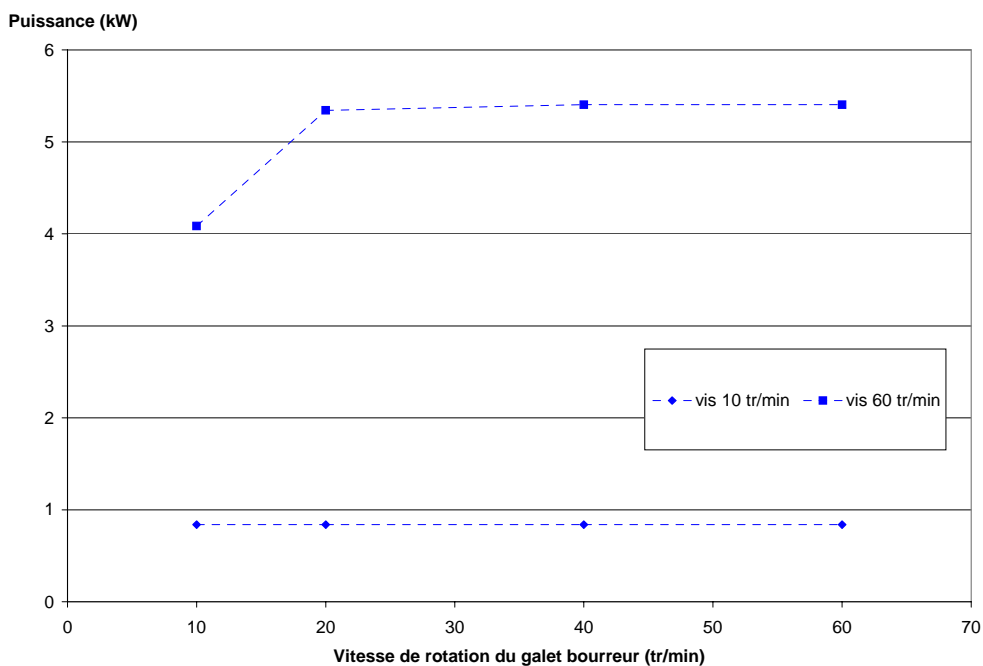


Figure 80: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

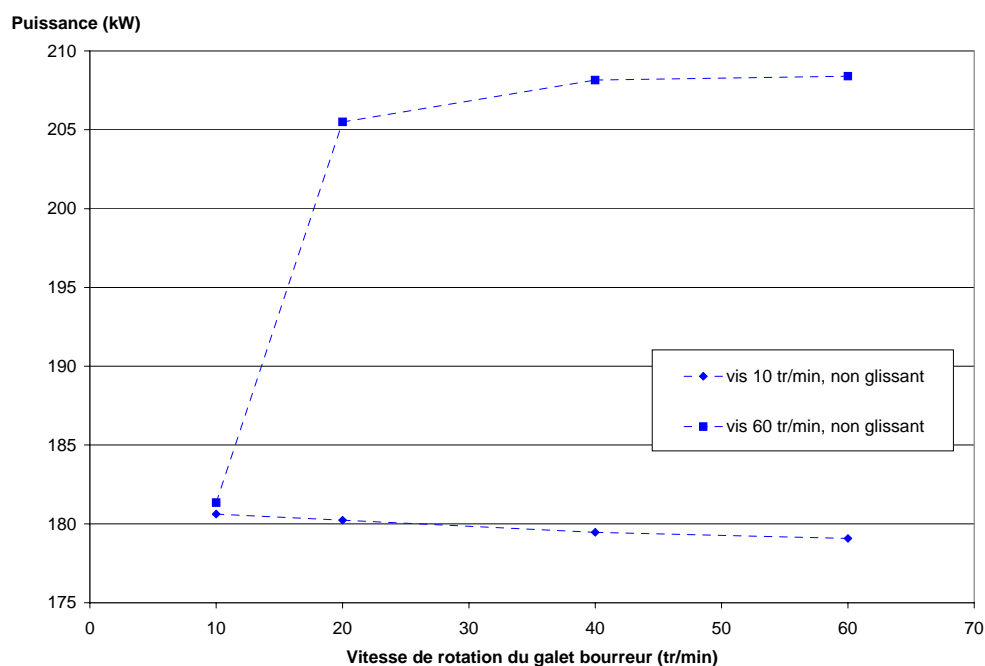


Figure 81: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

Annexe IX.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis de la vis

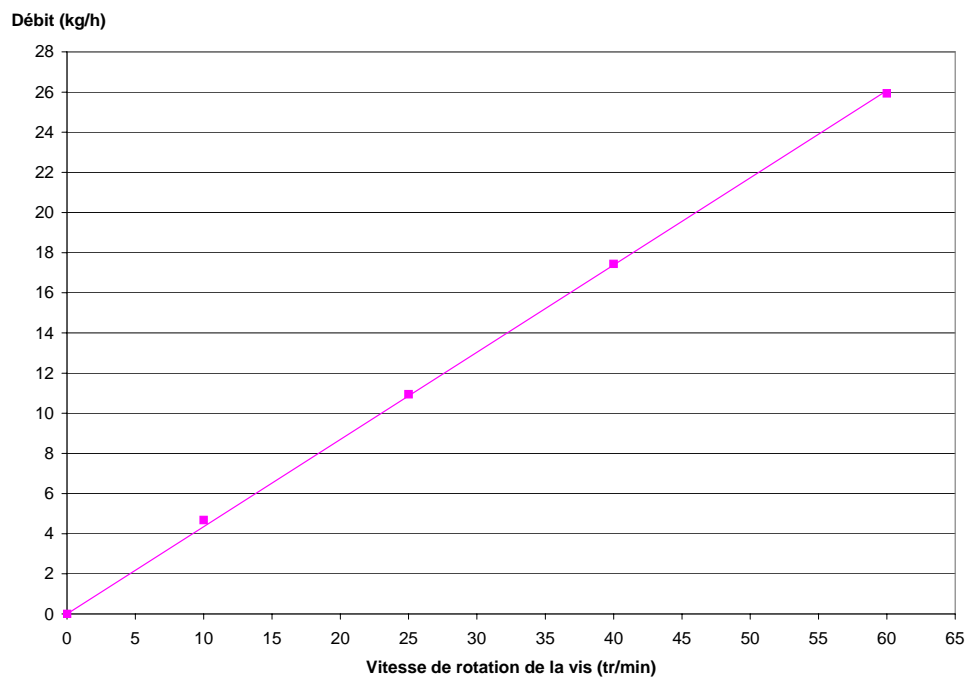


Figure 82: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis

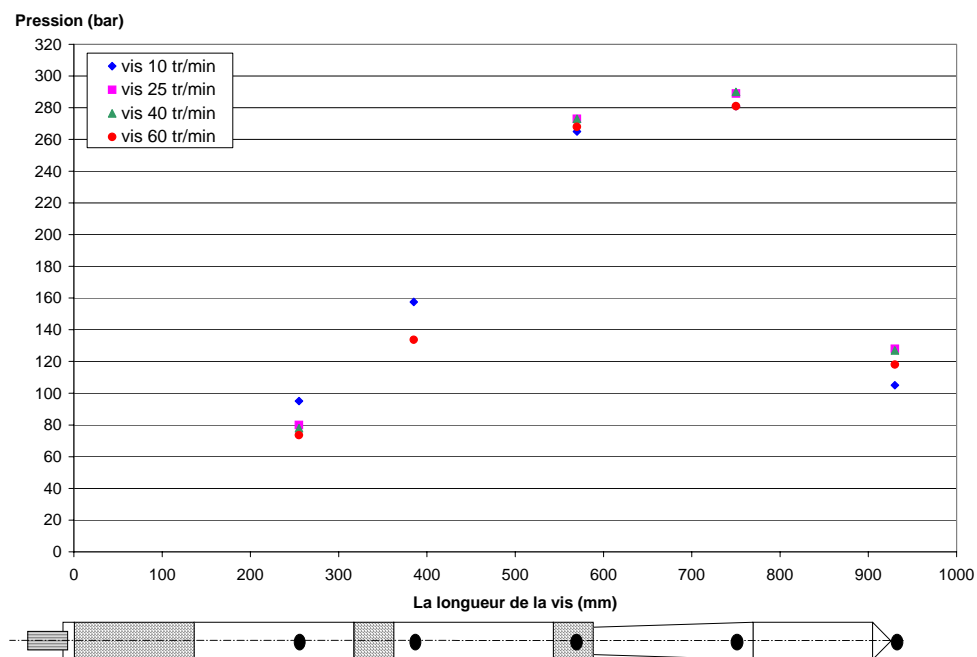


Figure 83: Evolution des pressions le long de la vis

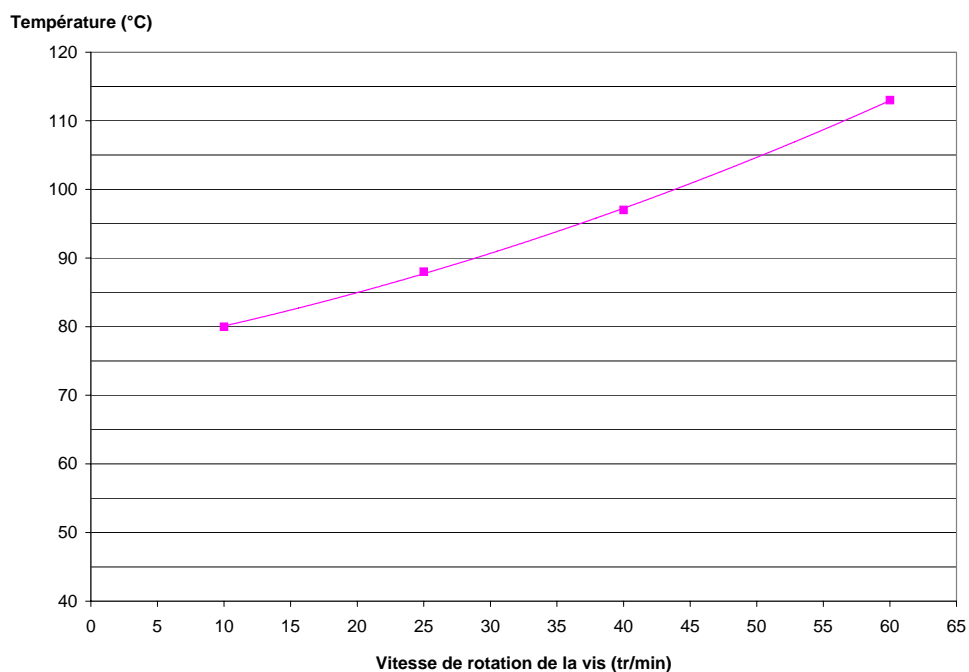


Figure 84: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

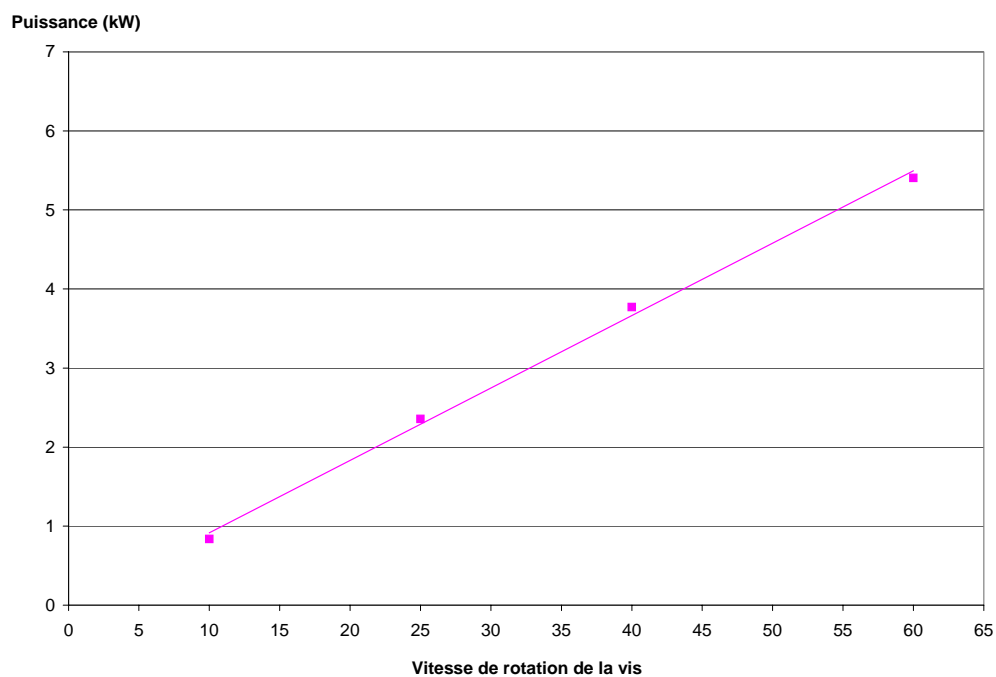


Figure 85: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

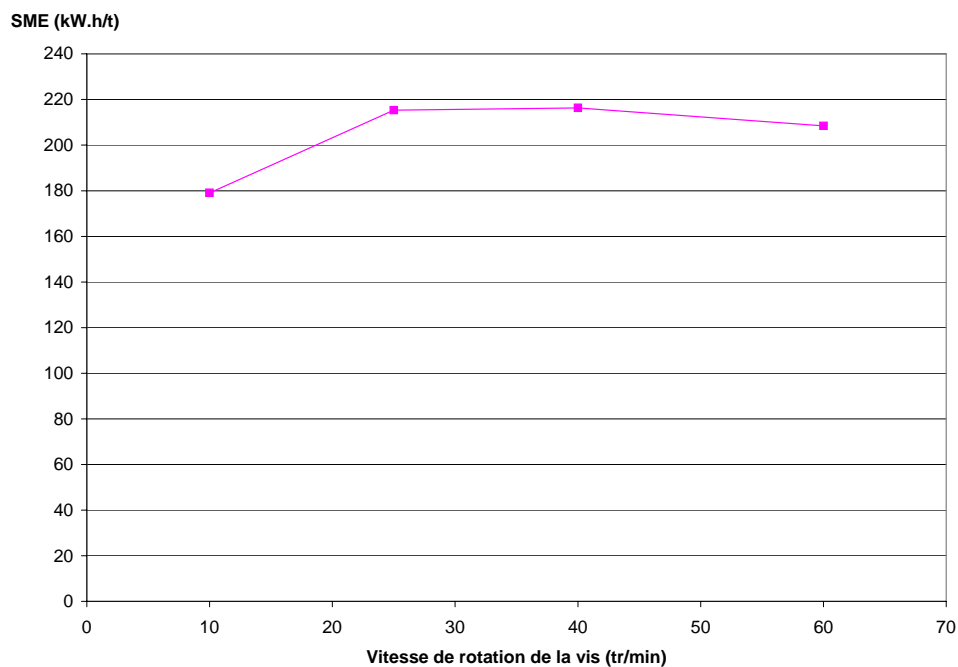


Figure 86: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Annexe X : Vis 1, Mélange B

Annexe X.1. Influence de la vitesse de rotation du galet boursreur

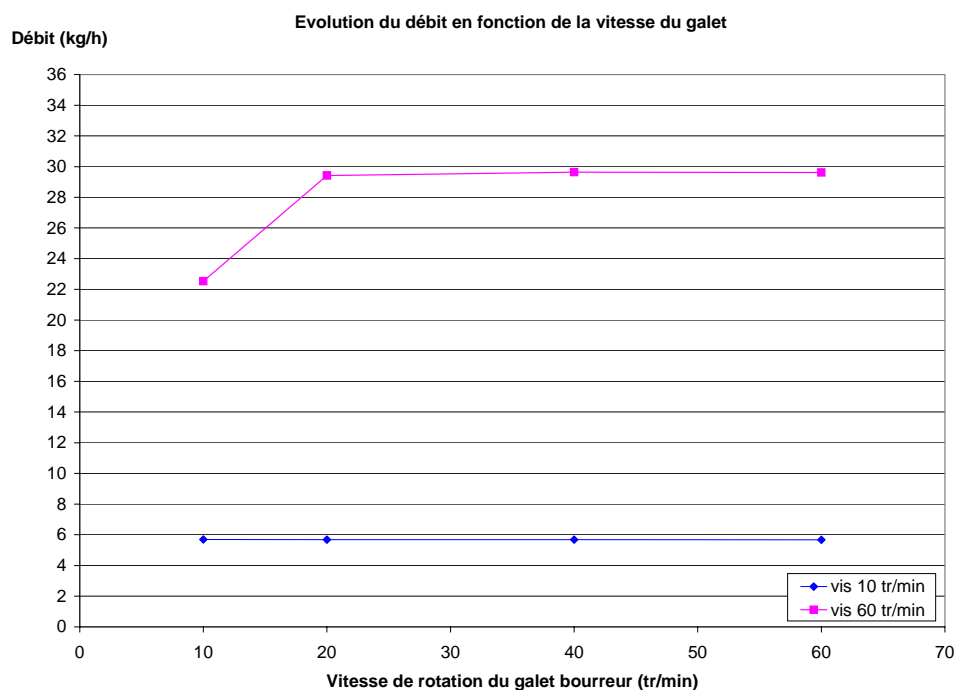


Figure 87: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet boursreur

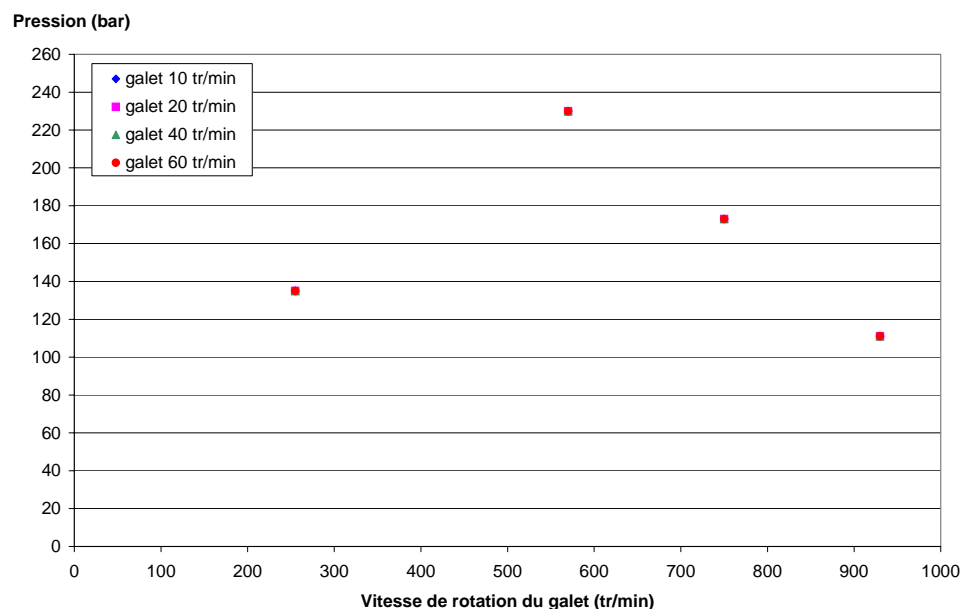


Figure 88: Evolution des pressions le long de la vis (vis 10tr/min)

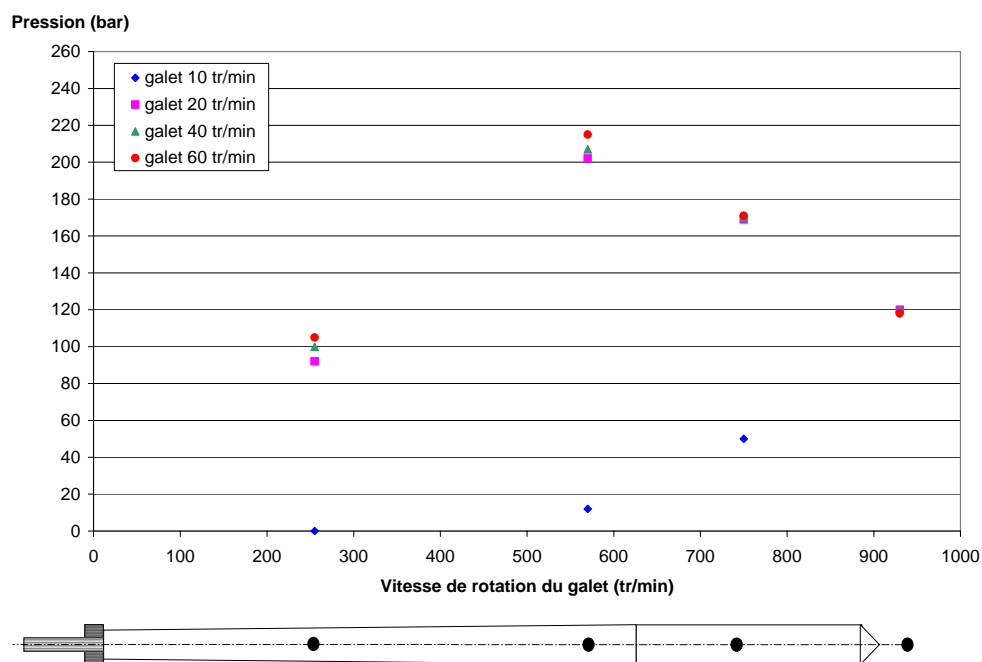
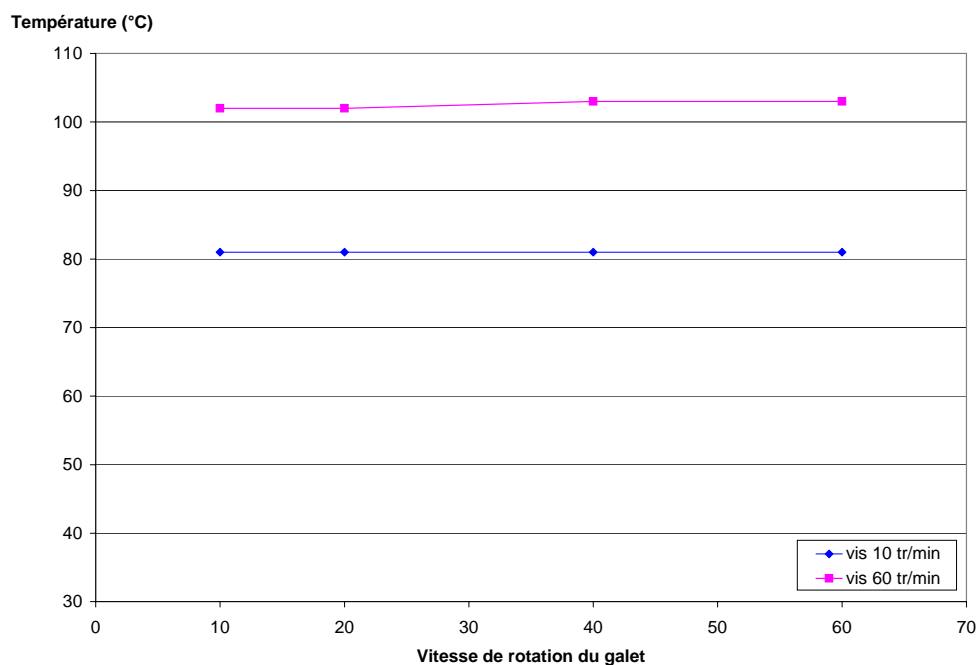


Figure 89: Evolution des pressions le long de la vis (vis 60tr/min)

Figure 90: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation du galet
bourreur

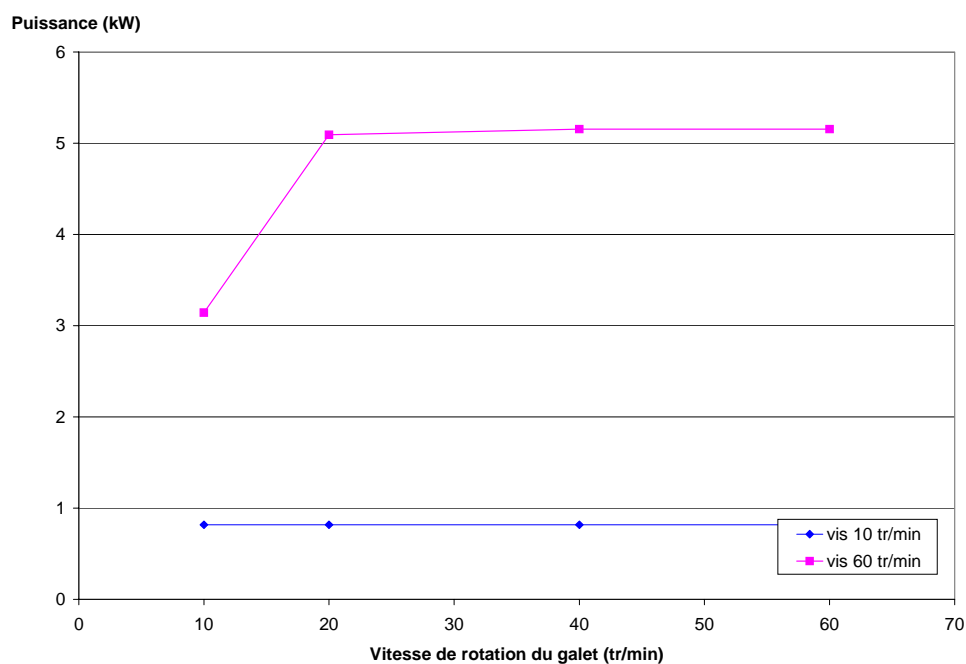


Figure 91: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation du galet burreur

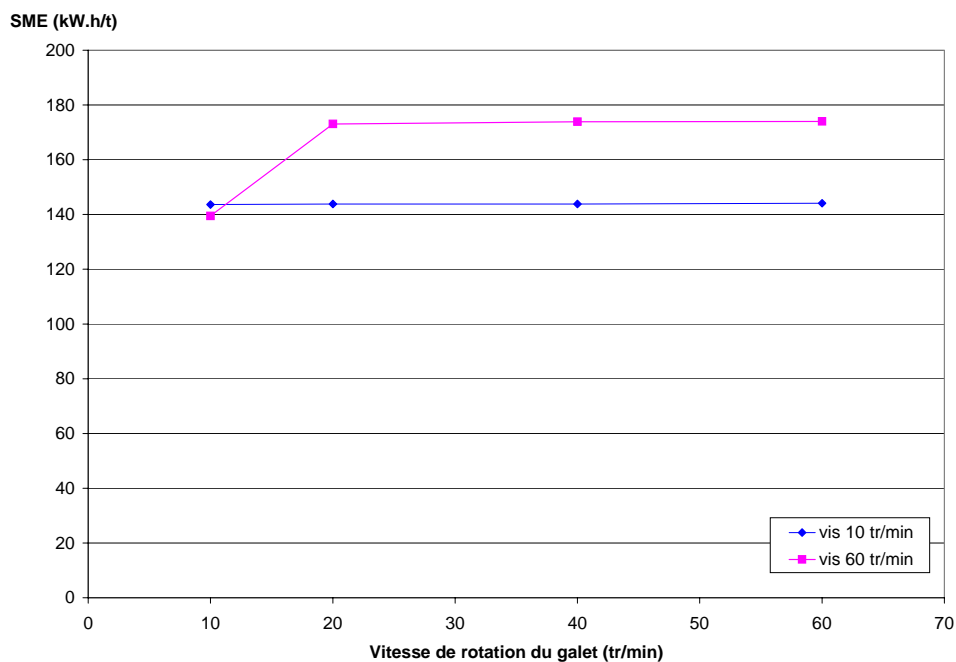
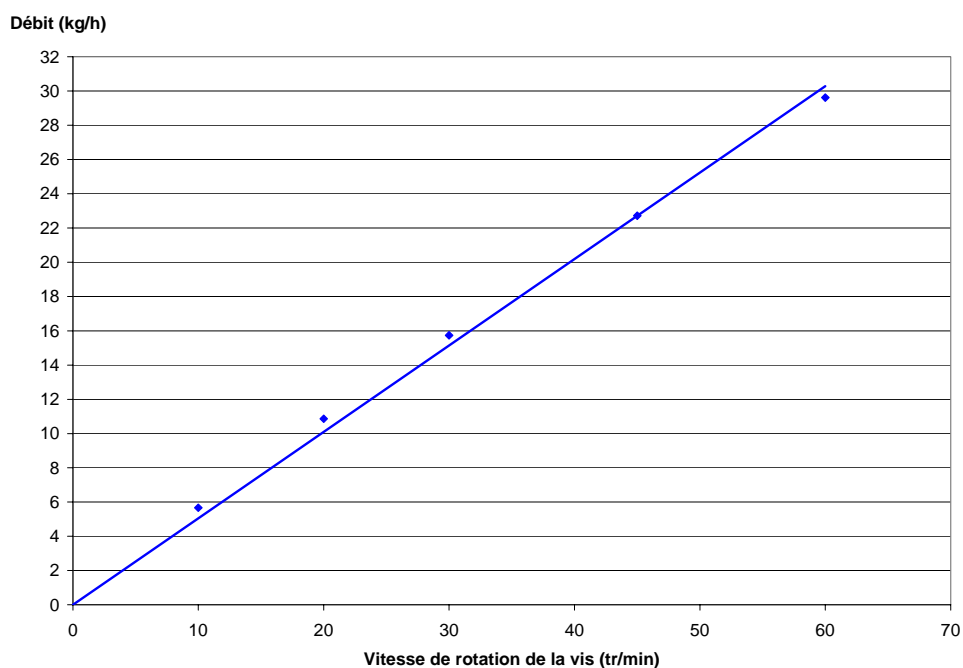
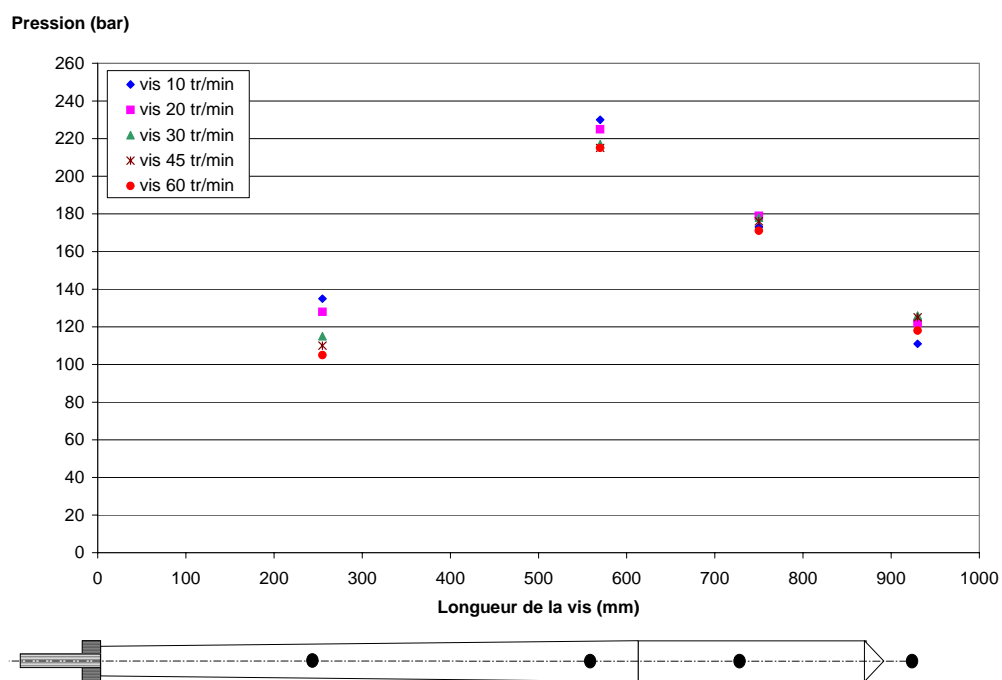


Figure 92: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation du galet burreur

Annexe X.2. Influence de la vitesse de rotation de la vis**Figure 93: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis****Figure 94: Evolution des pressions le long de la vis**

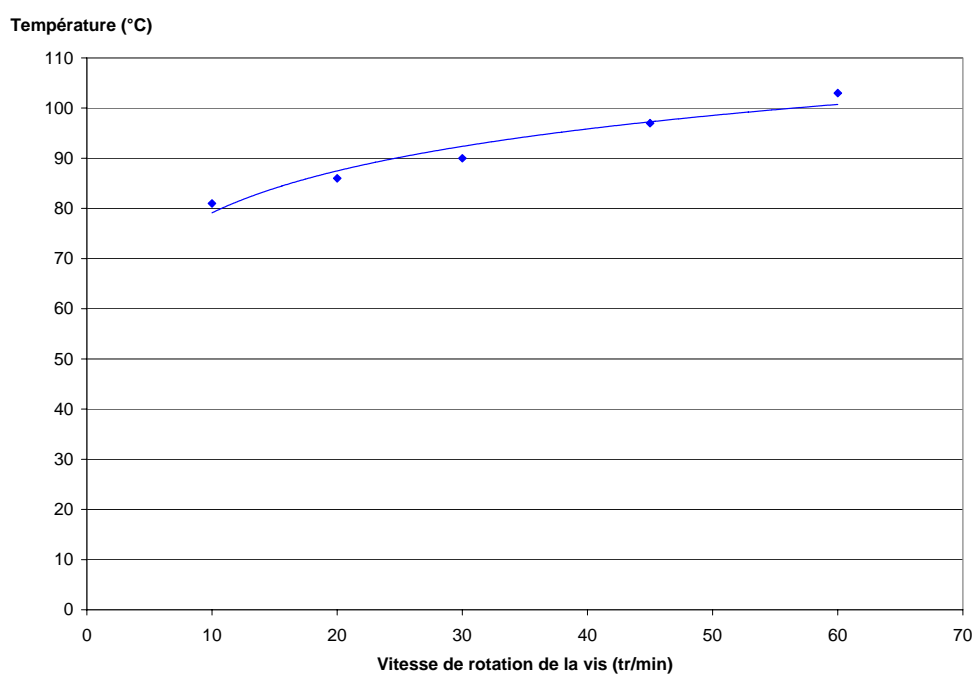


Figure 95: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

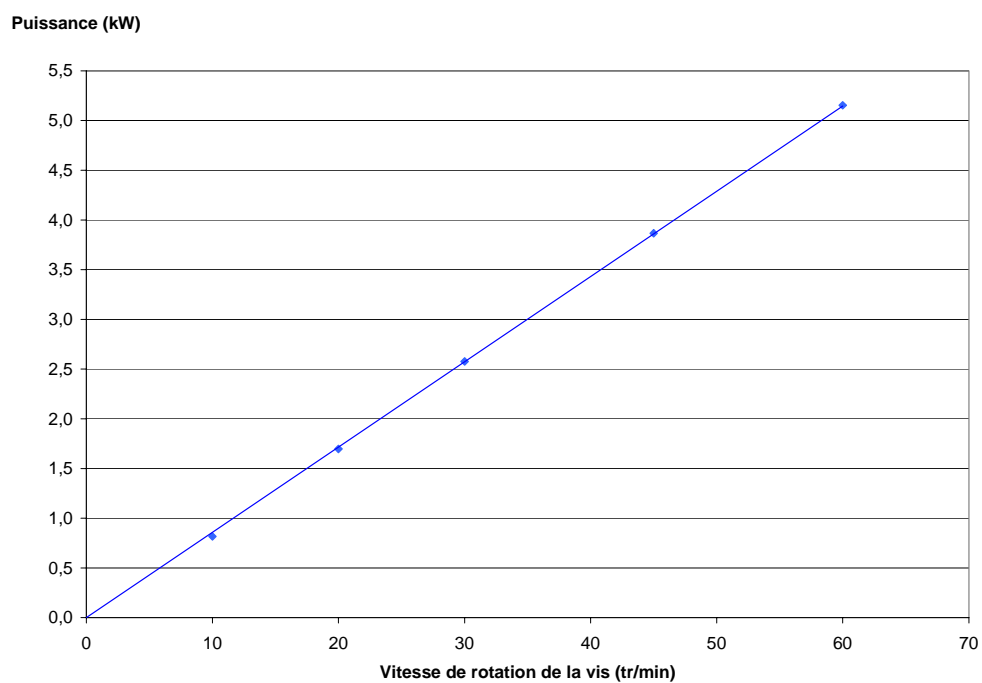


Figure 96: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

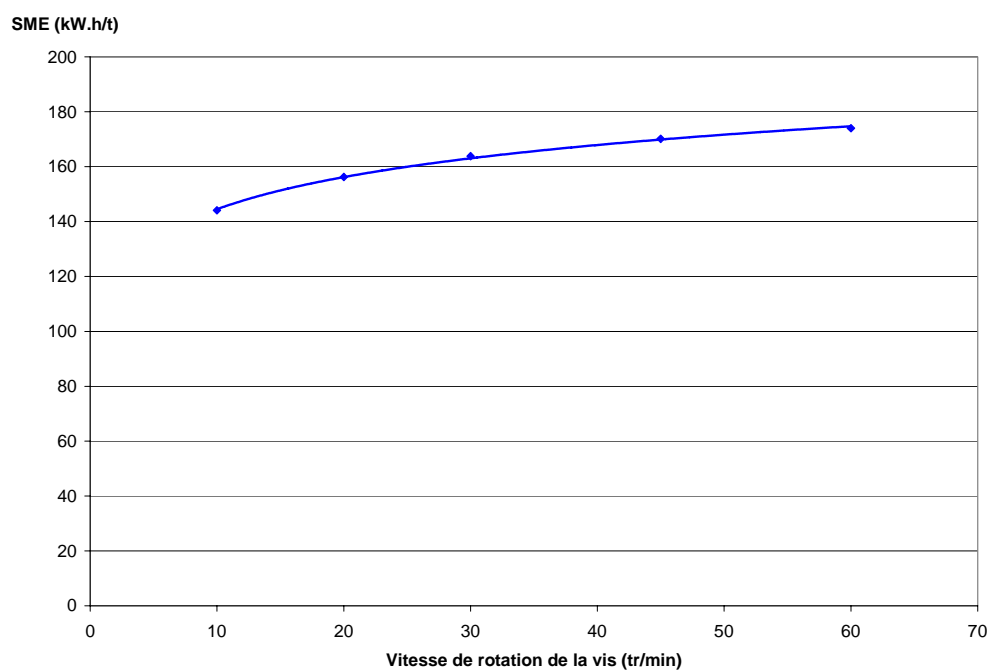
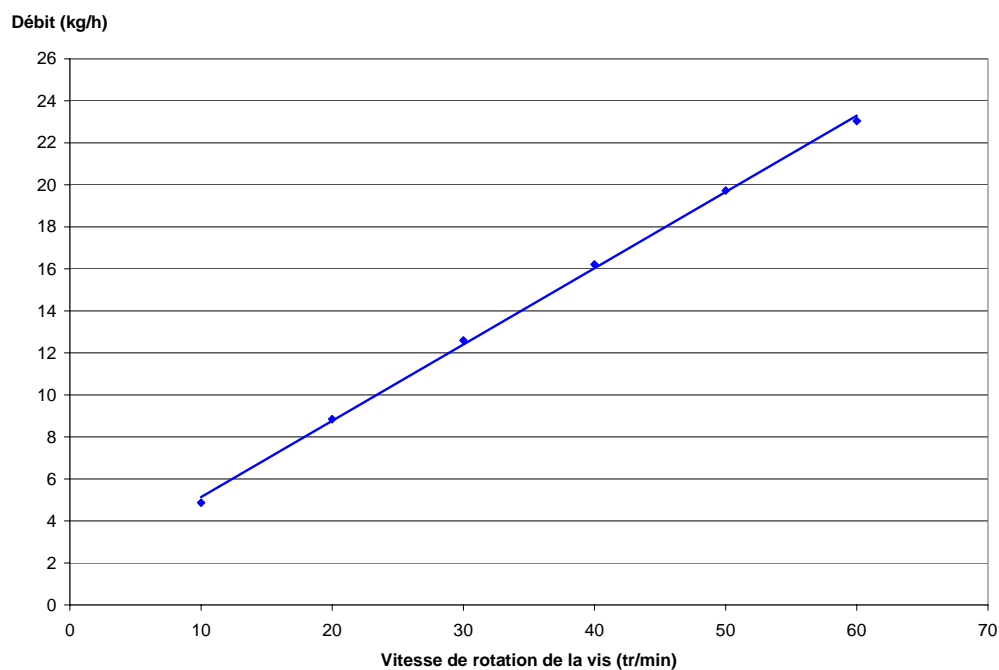
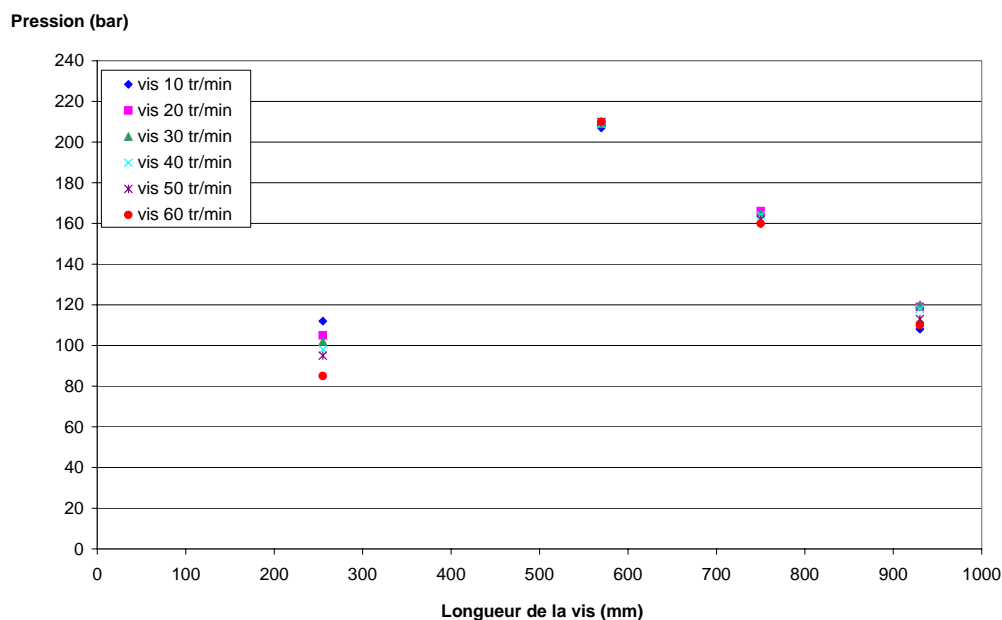


Figure 97: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Annexe XI : Vis 2, Mélange B**Annexe XI.1. Influence de la vitesse de rotation de la vis****Figure 98: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis****Figure 99: Evolution des pressions le long de la vis**

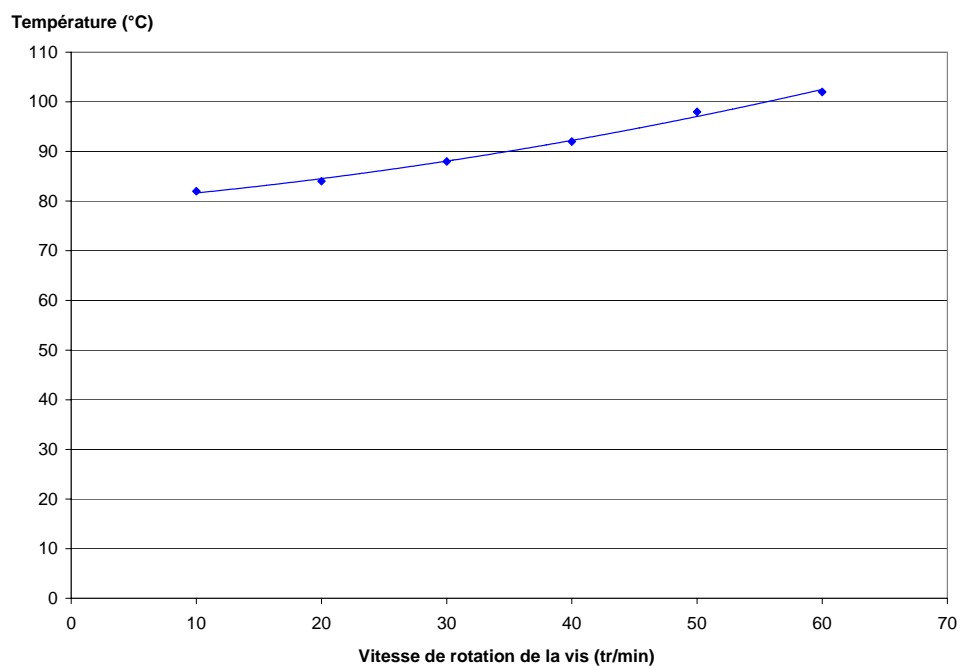


Figure 100: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

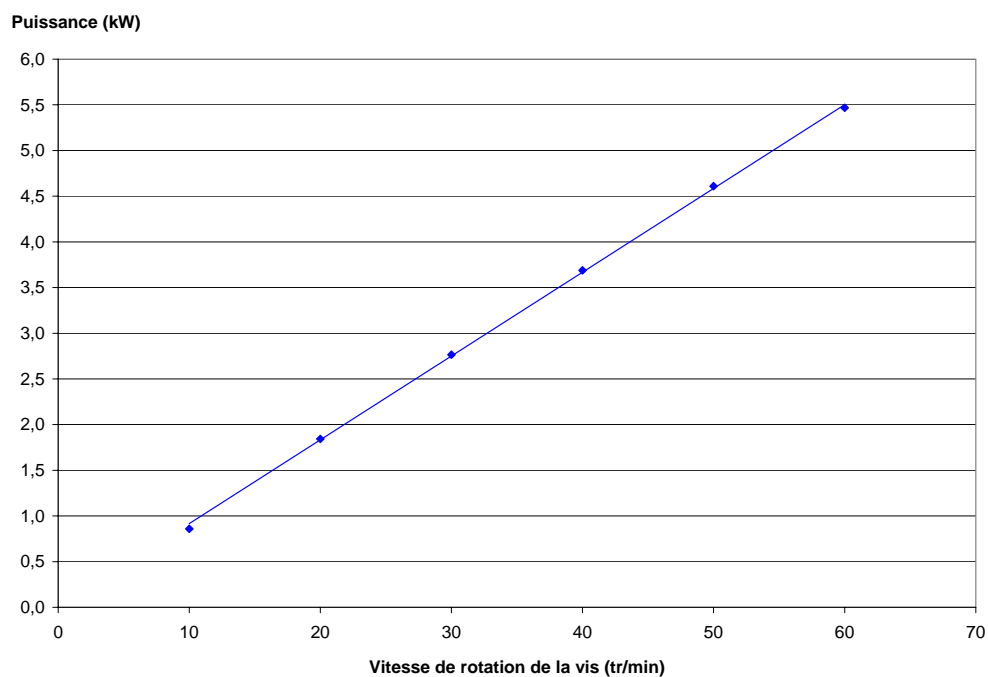


Figure 101: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

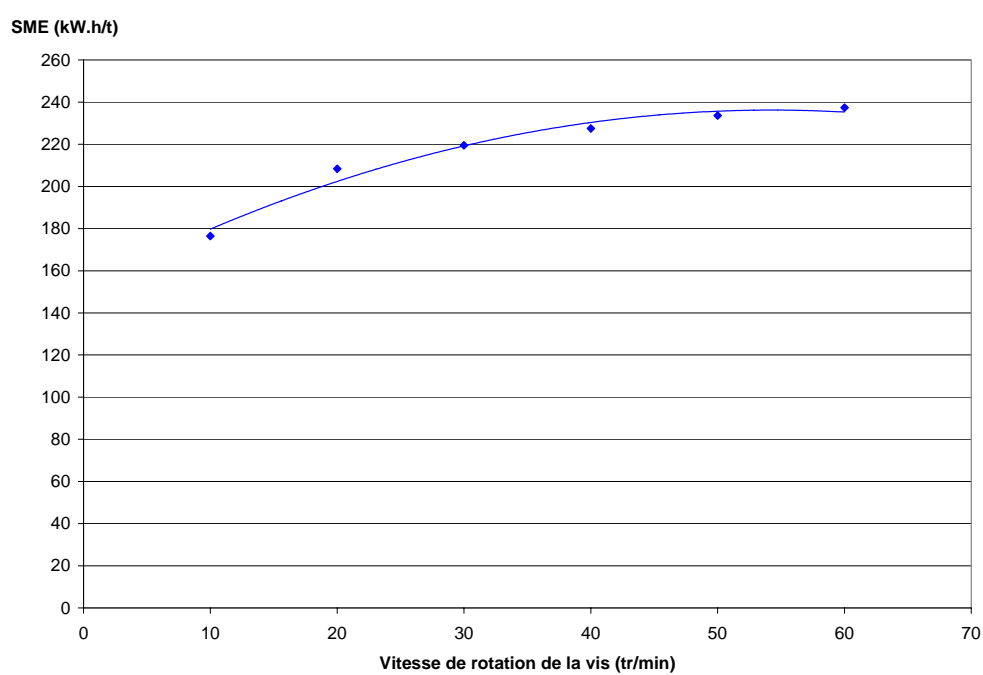


Figure 102: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Annexe XII : Vis type MZS, Mélange B

Annexe XII.1. Influence de la vitesse de rotation du galet burreur

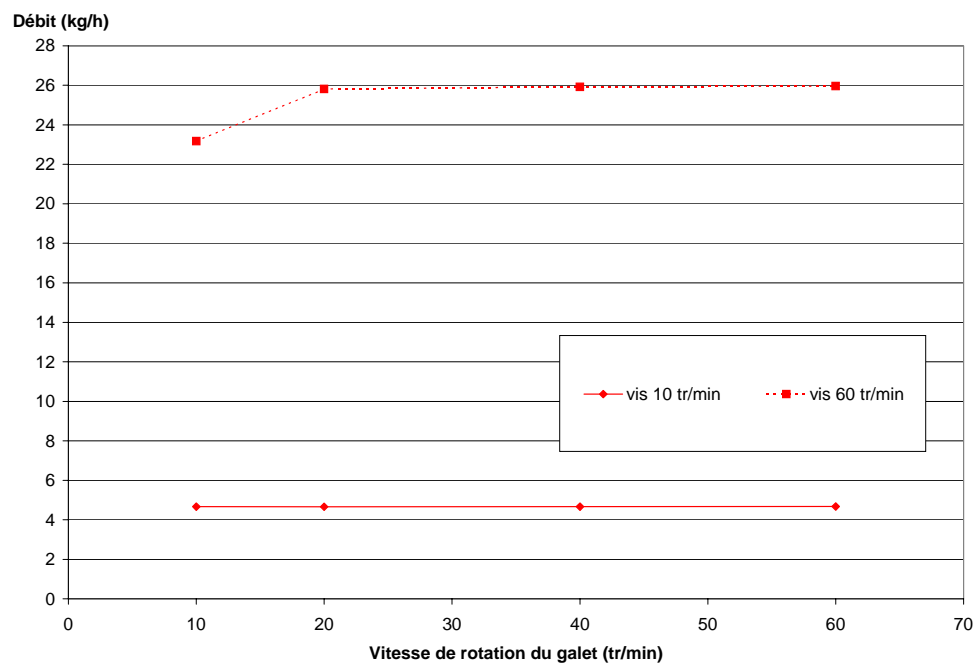


Figure 103: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation du galet burreur

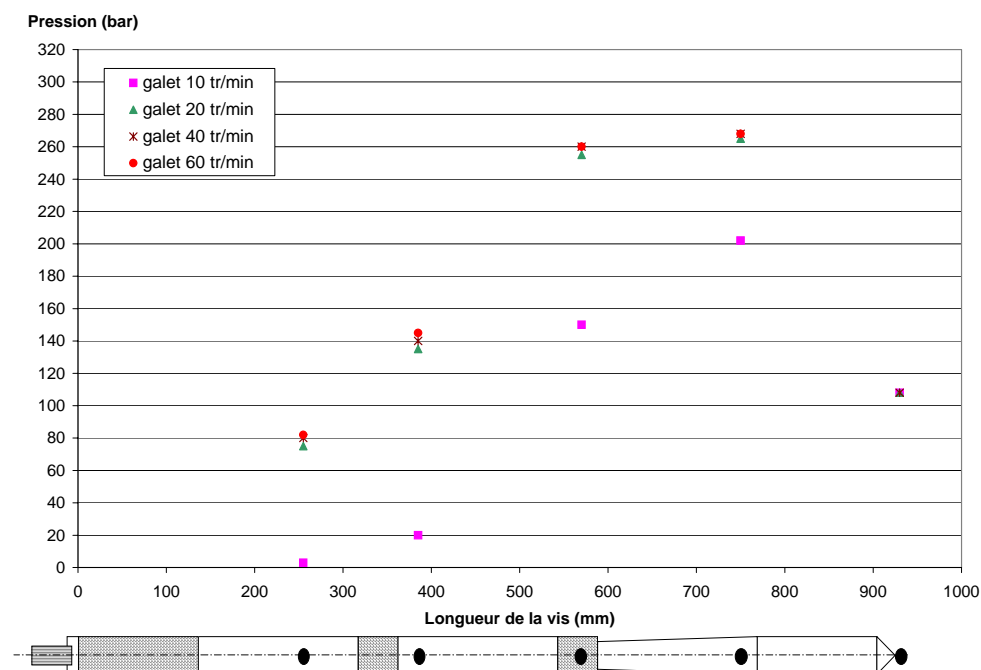


Figure 104: Evolution des pressions le long de la vis (vis 60 tr/min)

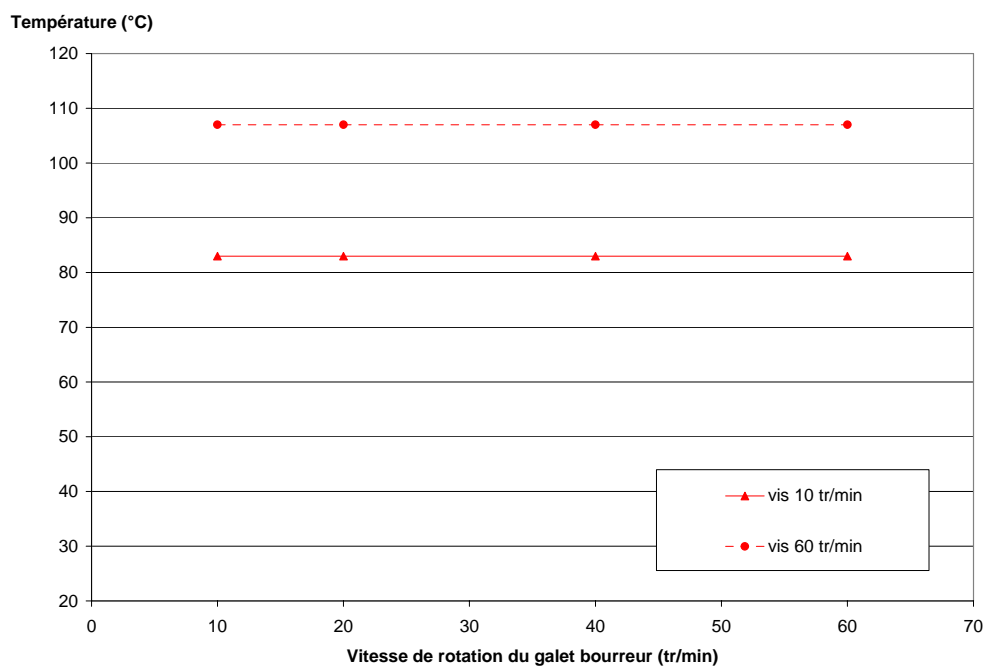


Figure 105: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

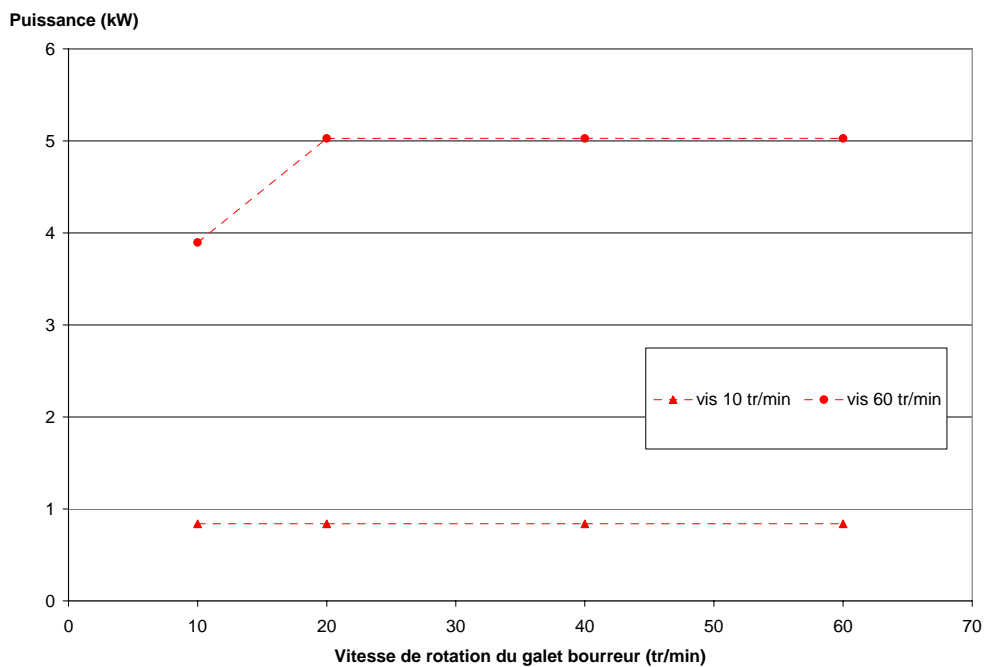


Figure 106: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

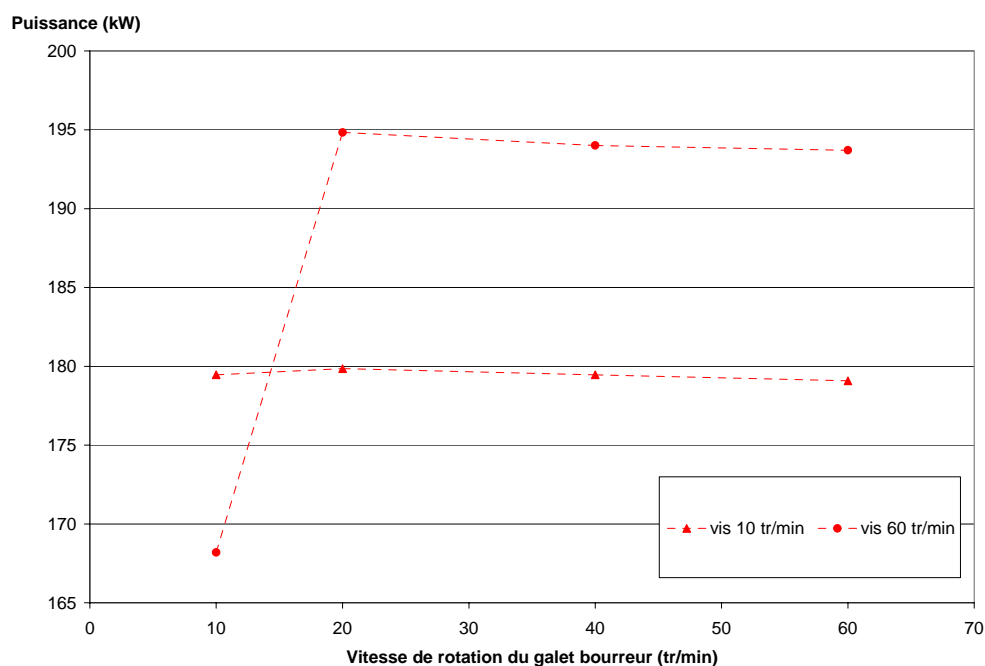


Figure 107: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation du galet broyeur

Annexe XII.2. , Influence de la vitesse de rotation de la vis

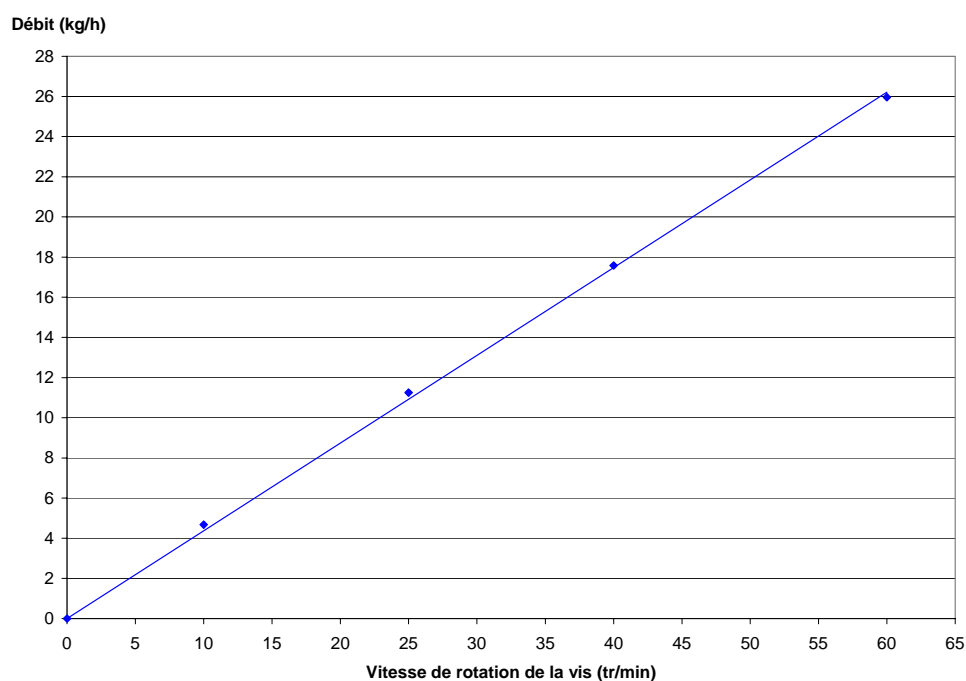


Figure 108: Evolution du débit en fonction de la vitesse de rotation de la vis

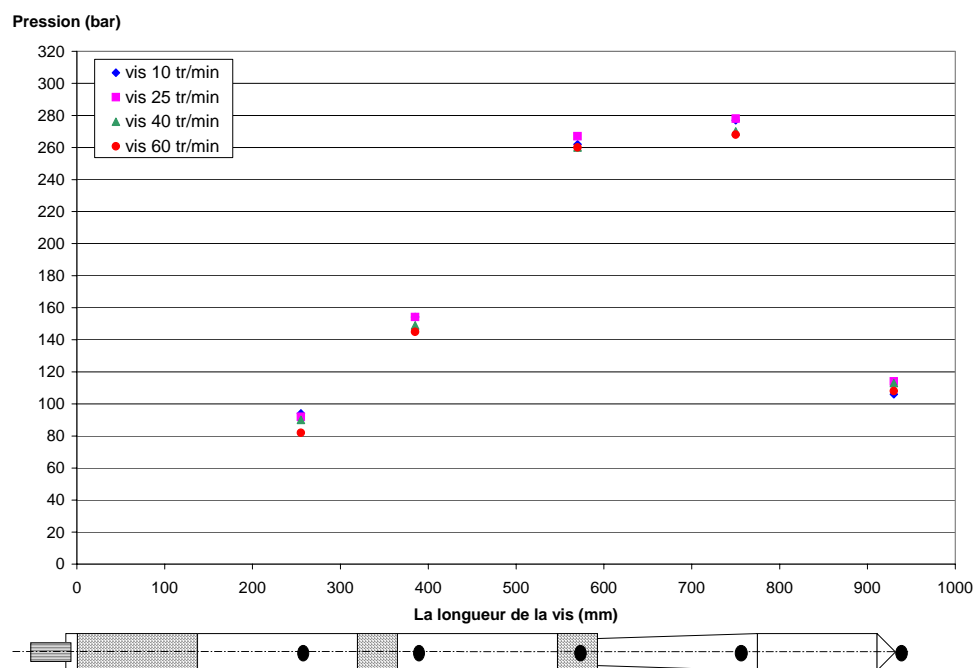


Figure 109: Evolution des pressions le long de la vis

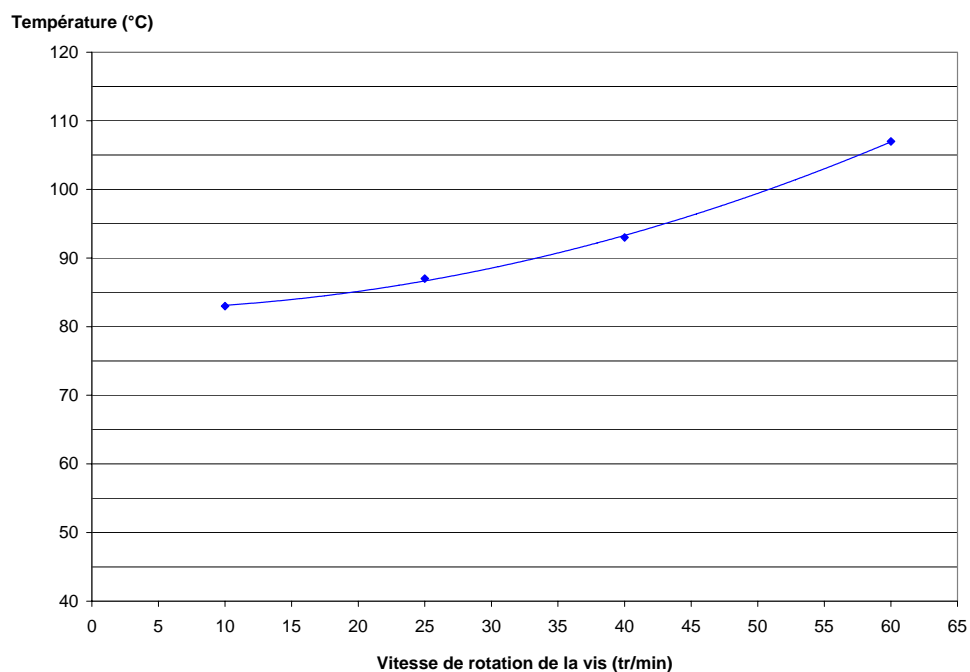


Figure 110: Evolution de la température en fonction de la vitesse de rotation de la vis

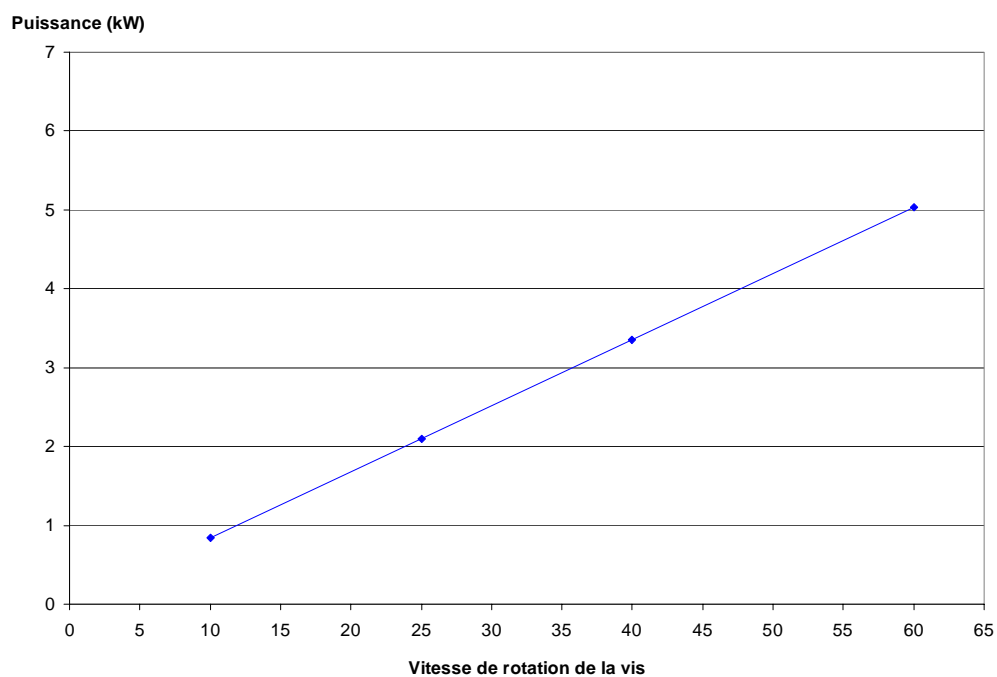


Figure 111: Evolution de la puissance en fonction de la vitesse de rotation de la vis

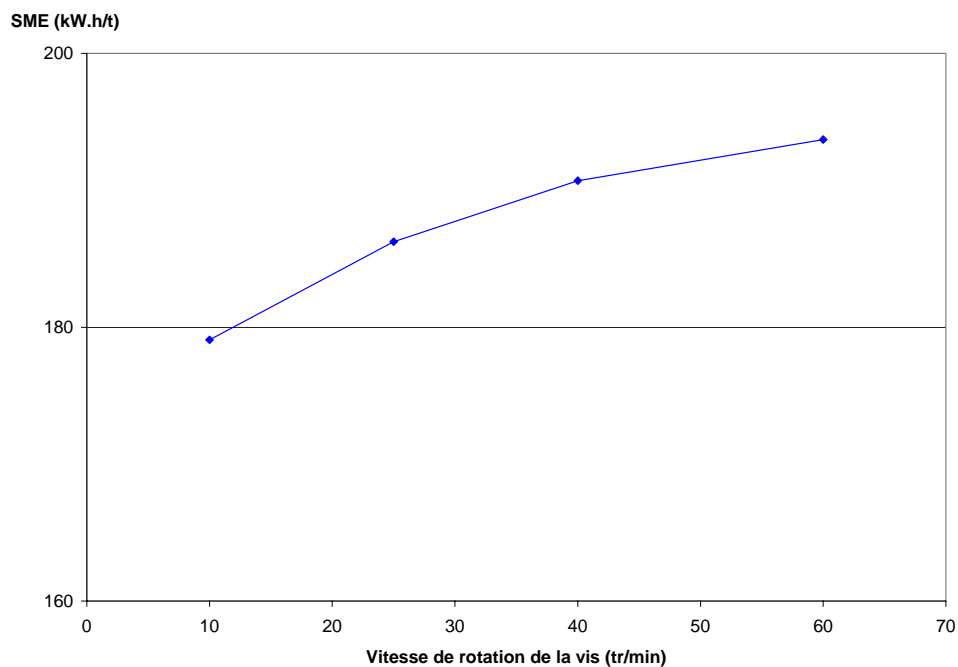


Figure 112: Evolution de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse de rotation de la vis

Resumé

La compréhension et la modélisation des phénomènes physiques qui sont mis en jeu au cours du procédé d'extrusion monovis de mélange d'élastomère constituent l'objectif du travail de recherche.

Après formulation d'un mélange clair, celui-ci a fait l'objet de plusieurs campagnes d'essais rhéologiques. Le même mélange a été rendu plus glissant par l'ajout de stéarate de zinc. Nous avons pu montrer que la rhéologie de volume restait proche de celle du mélange précédent et proposer différentes lois de glissement, dépendantes de la géométrie, par l'intermédiaire des dépouillements classiques de la littérature.

Une étude expérimentale systématique a été entreprise, tout d'abord, sur une extrudeuse industrielle (5 vis différentes représentatives des vis utilisées en production), puis sur une extrudeuse de laboratoire (profils simples et modulaires). Des informations ont été obtenues par le relevé de paramètres tels que la pression, la température, le débit, le taux de remplissage (démontage)... Ainsi, à partir des résultats expérimentaux et de leurs interprétations, nous avons pu comparer les performances des différentes géométries et mélanges, et extrapoler les résultats d'une machine à l'autre.

L'approche de modélisation 1D a mis en évidence la grande importance des effets de bord, liée au caractère très pseudoplastique du produit utilisé. En conséquence, le modèle 1D est inutilisable. On s'est alors dirigé vers un calcul en deux dimensions par éléments finis. Il intègre différents couplages qui ont été réalisés et validés au fur et à mesure. La comparaison à l'expérience montre un certain nombre de désaccords. La comparaison entre un vrai calcul 3D et le calcul à deux dimensions couplé montre un écart grandissant lorsque le coefficient de pseudoplasticité diminue. Comme pour l'approche 1D, le couplage longitudinal/transversal est pris en défaut pour des caoutchoucs à cause d'un indice de pseudoplasticité très faible. L'avenir semble donc passer par un vrai calcul tridimensionnel. Nous en avons montré la faisabilité en simulant l'écoulement dans de petits tronçons de vis. L'accord avec l'expérience est satisfaisant.

Summary

The understanding and the modeling of the physics phenomena involved during the single screw extrusion process of rubber is the aim of this research work.

After the formulation of a white rubber compound, different rheological experiments have been performed. Addition of zinc stearate was done on the same compound, in order to increase the slipping effect. We showed that the volume rheology remained unchanged and we suggested different slipping laws, using the classical methods found in the literature.

A systematic experimental study was carried out, first of all on an industrial extruder (5 screws, representative of the one used in production), then on a laboratory extruder (simple and modular profiles). Information was obtained through experimental parameters, such as pressure, flow rate, temperature and filling rate. Then, thanks to the experimental results and their interpretation, we were able to compare the performance of different geometries and compounds. Moreover, we were able to extrapolate the results from a laboratory to an industrial scale.

The one dimensional approach shown the importance of side effects, related to the very pseudoplastic nature of the material. In consequence, the 1D model cannot be used. Then, we moved to a two dimensional FEM method, including different coupling, that was validated step by step. The experimental comparison showed a disagreement between experimental and simulation results. The comparison between a true three dimensional computation and a coupling 2D computation revealed a bigger difference with the decrease of the pseudoplastic coefficient. Like for the 1D approach, the 2D coupled (longitudinal/transversal) approach produced errors for rubber product, due to the very low pseudoplastic coefficient. The future seems to be moving towards a 3D approach. We presented a feasibility study of the flow along screw parts. Comparison with experiment was satisfactory.