VALIDATION ET MODIFICATIONS

1 Validation

Une fois que le fourreau est bel et bien en place sur la presse à injecter, une première phase de validation est nécessaire pour que nous puissions l'utiliser dans des expériences de plastification.

La phase de validation présentée ci-dessous concerne ces différentes étapes

- Le contrôle de concentrations de contraintes présentées dans les fenêtres en verre
- La mise en chauffe et le refroidissement de l'ensemble du système.
- L'injection

Pour ces premiers tests de validation, nous décidons de tester avec une seule fenêtre en verre. Ensuite, les procédures pour l'ensemble du système contenant 3 pièces en verre BK7 seront exactement les mêmes. Le fait de tester avec une seule fenêtre nous a permis de trouver les différents réglages sur la presse à injecter (mise en chauffe, refroidissement, injection, ...), de voir et de revoir tous les oublis que nous pouvons rencontrer durant l'expérimentation, d'apercevoir des défauts pour effectuer les modifications nécessaires, et bien sûr, de ne pas prendre le risque d'éclater plusieurs verres.

1.1 Test de la mise en chauffe et du refroidissement

Comme nous pouvons le constater dans le chapitre précédent, les deux étapes : la mise en chauffe et le refroidissement de l'ensemble fourreau à fenêtre doivent être effectués minutieusement. Ceci est dû à la différence de comportement de dilatation entre le verre et l'acier, et aussi pour éviter qu'il y ait un gradient de température trop important présent dans les fenêtres en verre BK7 (gradient de température $< 50^{\circ}$ C).

Grâce aux commandes numériques disposées avec la presse à injecter Billion H470 - 200T, nous pouvons configurer des paliers de température, ou de puissance de chauffe pour chaque zone correspondant à chaque colliers chauffants.

1.1.1 La mise en chauffe du système

Au début, nous voudrions effectuer la régularisation de température par paliers. Nous nous sommes rendu compte que la régularisation par palier est très brutale, la monté à la température indiquée s'est passée très rapidement avec une puissance de chauffe des colliers à 100%. Cela risque de créer des gradients importants dans nos pièces en verre, et aussi entre verre – acier.

Nous avons donc procédé à la montée en température en utilisant la puissance de chauffe des colliers, pour que les différentes pièces dans notre système puissent atteindre la température souhaitée sans risque. Après plusieurs tests, nous avons trouvé une procédure à suivre (Cf. Tableau 12), qui nous permet de ne pas perdre beaucoup de temps en chauffe, et aussi de ne pas avoir de problème de surchauffe en cas d'oubli.

Heure	Zone 1 (fenêtre 1)	Zone 2 (fenêtre 2)	Zone 3 (fenêtre 3)	Zone 4 (clapet)	Zone 5 (Buse)	
8h	20°C	20°C	20°C	20°C	20°C	Température
	5%	5%	5%	5%	5%	Puissance
10h	70°C	70°C	70°C	80°C	90°C	Température
	5%	5%	5%	3%	2%	Puissance
12h45	150°C	150°C	150°C	150°C	145°C	
13h	150°C	150°C	150°C	150°C	150°	Température
	10%	10%	10%	8%	8%	Puissance
15h	170°	175°	180°	190°	195°	Température
	13%	10%	10%	7%	5%	Puissance
17h	210°C	210°C	210°C	210°C	210°C	
1711						

Tableau 13: Procédure de la mise en chauffe du système fourreau à fenêtres par la puissancede chauffe des colliers chauffants

En effet, on utilise les puissances de chauffe à 5% sur toutes les zones de chauffe pendant 5h tout en ajustant les deux dernières zones, car ces deux dernières sont en acier, la chauffe se fait donc plus rapidement. Au bout de 5h, la température atteinte est de 150°C, on fait la régulation de l'ensemble à cette température pendant 1h. Ensuite, nous utilisons les colliers avec 10% de puissance de chauffe, avec des ajustements sur les zones où la chauffe se passe très rapidement, jusqu'à que nous arrivions à obtenir la température de travail du polymère choisi. La régulation de température de l'ensemble du système est faite à partir de ce moment. La chauffe prend donc au moins 8h.

1.1.2 Le refroidissement

Cette étape est un point plus délicat que l'étape de la mise en chauffe. Pour les fourreaux classiques, le refroidissement se fait naturellement, il suffit de couper les colliers chauffants, puis les fourreaux refroidissent par conduction de chaleur avec la température ambiante. Pour notre système, si nous coupons la chauffe tout de suite, l'acier refroidit plus vite que le verre, le fourreau se rétracte donc plus vite que les fenêtres, il risque de briser les morceaux de verre. Nous devons donc faire très attention à ne pas effectuer une coupure brutale des colliers chauffants.

Pour ce faire, la régulation de température des zones du fourreau est réalisée par palier de température avec le contrôle numérique de la presse à injecter. Sachant que le réglage par palier permet au système de monter ou descendre très rapidement en température, il faut régler les paliers de 20 en 20°C quand tout le système est encore sous haute température (>150°C), puis on peut utiliser des paliers de 30°C pour descendre de 150°C à 60°C. À partir de 60°C, nous pouvons couper l'alimentation électrique des colliers chauffants. Pour assurer une température homogène dans le système et éviter des gradients de température trop importants, entre chaque palier, nous laissons une heure de stabilisation. Le tableau 13 représente la procédure de cette phase de refroidissement.

Heure	Zone 1 (fenêtre 1)	Zone 2 (fenêtre 2)	Zone 3 (fenêtre 3)	Zone 4 (clapet)	Zone 5 (Buse)			
8h - 9h	210°C - 190°C puis régularisation en température pendant 1h							
9h - 10h	190°C - 170°C puis régularisation en température pendant 1h							
10h - 11h	170°C - 150°C puis régularisation en température pendant 1h							
12h - 13h	150°C - 120°C puis régularisation en température pendant 1h							
13h - 14h	120°C - 9	90°C puis rég	ularisation en	température	pendant 1h			
14h - 15h	90°C - 60°C puis régularisation en température pendant 1h							
À partir de 60°C	Couper l'a	l'alimentation d'électrique des colliers chauffants puis laisser le fourreau refroidir par conduction.						

Tableau 14: Refroidissement de l'ensemble fourreau à fenêtres

Toujours pour s'assurer qu'il n'y a pas de gradient de température trop important dans le verre, pendant ces deux tests, nous effectuons des contrôles d'homogénéité de température dans la pièce en verre par une caméra thermique. Cette caméra filme l'objet en direct et nous indique la température de l'objet en échelle des couleurs. Nous pouvons voir l'évolution et la stabilisation de température dans notre fenêtre en verre BK7. Ces deux tableaux (Cf. Tableau 15 et Tableau 16) présentent l'évolution de la température de la fenêtre en verre pendant la mise en chauffe et une partie de la séquence du refroidissement que nous avons obtenue par la caméra thermique. Cette caméra présente quelques limites :

- Elle ne peut que donner la température de la surface des pièces, et non pas dans le volume.
- La température capturée est limitée à 135°C. Au-delà de cette température, on obtient une présence uniforme de l'échelle de couleur.



Tableau 15: Évolution de la température à la surface du verre de 20°C à 210°C (séquence de la mise en chauffe de 20°C à 210°C)



Tableau 16: Évolution de la température à la surface du verre de 150°C à 120°C (séquence de refroidissement de 150°C à 120°C)

Malgré ces limites, après plusieurs tests, nous sommes parvenus à la conclusion qu'il n'y a pas de risque si on respecte les procédures présentées précédemment. Les deux tableaux montrent que la température de la pièce en verre reste stable pendant la chauffe, ainsi que le refroidissement. Nous avons pu constater que le gradient de température sur la surface testée ne dépasse pas les 50°C. De manière naturelle et homogène, la température du verre augmente ou diminue par conduction avec les pièces en acier à partir des bords. Pour la mise en chauffe, tout d'abord c'est le bord inférieur et les deux bords latéraux qui s'échauffent, car il y a une masse importante d'acier. Ensuite, la température augmente au bord supérieur et se propage vers le centre de la pièce (Cf. Figure 98).

Le refroidissement s'effectue de manière inverse. C'est le bord supérieur du verre qui refroidit avant tout, car il n'est pas beaucoup en contact avec l'acier, et il est censé garder la température. Puis le refroidissement se prolonge au centre de la surface du verre (en contact direct avec l'air ambiant), et ensuite les deux bords des côtés et celui inférieur. (Cf. Figure 99).



Figure 98: Exemple de changement de température à la surface de la fenêtre en verre pendant la mise en chauffe



Figure 99: Exemple de changement de température à la surface de la fenêtre en verre pendant la phase de refroidissement

Nous pouvons constater que les résultats suivent naturellement les lois de thermique par conduction.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2013ISAL0093/these.pdf © [T.L. Pham], [2013], INSA de Lyon, tous droits réservés

1.2 Contrôle de concentrations de contraintes

Cette phase de contrôle s'est faite en même temps que l'étape de montage du fourreau et l'étape de la mise en chauffe du fourreau, l'étape d'après le serrage du système (pour fixer l'ensemble des pièces et pour s'assurer qu'il n'y a pas de fuite de matière) et aussi, l'étape du refroidissement de l'ensemble du système. Avec la méthode de contrôle par la biréfringence, nous pouvons garantir qu'il n'y a aucune concentration de contraintes présente dans le verre (Cf. Figure 100).

D'après plusieurs tests, nous trouvons qu'il ne faut jamais serrer les vis pour fixer les cales pendant la phase de la mise en chauffe et le refroidissement du dispositif. Il faut juste mettre tout l'ensemble des pièces en place, les unes en contact avec les autres. Nous serrons les vis une fois que la température de consigne a été atteinte tout en contrôlant la concentration de contraintes. La présence de contraintes dans le verre doit être nulle quand le dispositif est prêt à être utilisé. Et au refroidissement, nous devrions tout d'abord desserrer les vis entre les cales et le fourreau (on relâche la mise en position de l'ensemble des pièces) et repousser les cales avec les vis de contre pression, puis ensuite appliquer la baisse de température par palier. Les contrôles doivent se faire toutes les heures, après la régulation en température.



Figure 100: Exemple de la présence de concentration de contraintes dans la fenêtre en verre.

1.3 Test d'injection

Pour les premiers tests d'injection, nous avons procédé avec le fourreau contenant une seule fenêtre en verre. Ceci est dans le but de voir et de revoir tous les réglages, ainsi que les problèmes que nous pourrions rencontrer pendant notre expérience.

- On procède tout d'abord au test d'injection en mode manuel lent (10 tours / min). Ce test est suffisant pour commencer à manipuler le fourreau à fenêtres sans risque. Nous voyons assez rapidement qu'avec ce mode de réglage, il nous faut absolument une personne à côté du tableau de commande de la presse, cela ne paraît pas pratique. En plus, la manipulation en mode manuel lente représente exactement les conditions d'extrusion, ce n'est pas ce que nous attendons. C'est pour ces raisons que nous avons fait quelques modifications sur la presse à injecter. Ces changements ont pour but de pouvoir procéder dans des conditions d'un cycle normal d'injection sans injecter la matière dans le moule.

- Suite à un incident technique (la matière s'est solidifiée et a bouché la buse du fourreau après un arrêt), la pression dans le fourreau a atteint son niveau maximum, et le verre est cassé par flexion.

Suite à la casse, nous avons vu que les contraintes présentes dans la fenêtre cassée est de 9^{ème} ordre (Cf. Figure 101). Les raisons de la casse restent toujours des hypothèses. Nous en parlons plus dans nos conclusions et perspectives de ce travail.



Figure 101: Concentrations de contraintes présentes dans la fenêtre en verre quand elle est cassée – Contrainte présente au 9^{ème} ordre.

Ces premiers tests nous ont permis de constater et de faire des modifications nécessaires sur notre dispositif. Ces modifications sont exposées dans les paragraphes qui suivent.

2 Les modifications apportées

Les problèmes rencontrés nous obligent à réfléchir à quelques changements pour pouvoir continuer à utiliser le dispositif.

2.1 Trempe chimique des pièces en verre

Après nos premiers tests, nous avons vu que nos verres se cassaient de manière assez aléatoire, souvent sous forme de petites fractures qui apparaissent sur la surface. Nous cherchons donc à augmenter la dureté du verre en surface.

La trempe chimique du verre est une technique que l'on utilise quand la trempe thermique n'est pas possible (comme pour des verres de très faibles épaisseurs, ou pour des verres bombés), ou ne donne pas les propriétés recherchées (la qualité optique, la dureté).

Comme pour la méthode de trempe thermique, la trempe chimique du verre a pour objectif de mettre la surface du verre en compression afin d'augmenter de façon importante sa dureté. Cette mise en compression est obtenue en remplaçant à la surface du verre des ions de sodium, par des ions plus gros, des ions de potassium. L'épaisseur en compression est comprise entre 20 et 100 μ m. Ces échanges d'ions sont réalisés en immergeant le verre dans un bain de sels de potassiums pendant une longue durée (entre 12h à 20h), à une température inférieure à la température de fusion du verre (en général entre 400 à 460 °C). Ces deux types d'ions ont des propriétés chimiques très proches, il n'y a pas de changements importants des principales propriétés du verre. [24]



Figure 102: Schéma des échanges d'ions dans la méthode de trempe chimique du verre.

Après la trempe chimique, la résistance du verre augmente de deux à trois fois par rapport au verre trempé thermiquement. En plus, nous n'avons aucune augmentation de la distorsion optique, la transparence et les propriétés optiques sont conservées.

Nous avons fait faire ce traitement sur nos fenêtres en verre. Il n'y a aucune déformation physique, ni de déformation optique. Nous espérons avoir une durée de vie plus importante sur nos pièces une fois qu'elles sont mises en chauffes et sous des différentes pressions dans l'ensemble fourreau à fenêtre.

2.2 Les vis de démontage



Figure 103: Modification apportée sur la cale – ajout d'un trou de pression pour faciliter le démontage.



Figure 104: Vis de pression pour démonter la cale de son logement

Lors de nos premiers démontages de notre ensemble de fourreau à fenêtres, nous nous sommes rendus compte à quel point le démontage est difficile. Le démontage doit être effectué exactement à l'inverse des étapes de montage (Cf. Chapitre "Assemblage final"). Dès que nous avons voulu enlever les cales en acier, elles sont restées coincées dans leurs logements. Nous pouvons constater qu'il n'y a aucune prise sur les cales pour que nous puissions les retirer. D'où l'idée d'ajouter une vis de pression qui nous permettra de faciliter la phase de démontage.

Le fonctionnement : une fois dévissée les deux vis de fixation entre la cale et le fourreau, on serre la vis de pression contre le fourreau (Cf. Figure 104), pour pousser la cale à l'extérieur de son logement.

2.3 Changement de forme des feuilles de clinquant

Comme expliqué précédemment (Cf. Chapitre "Conception"), les feuilles de clinquants sont mises au contact des surfaces entre les pièces en verres et le fourreau en acier pour

- ✓ Diminuer les concentrations de contraintes dans les pièces en verre BK7.
- ✓ Réaliser un contact glissant entre les surfaces de verre et d'acier.

Lors de nos premiers tests, les feuilles de clinquant ne couvraient pas toute la surface du verre. Les bords de nos pièces en verres restent en contact direct avec la surface en acier (Cf. Figure 105). Cela crée des fragilités sur les surfaces des fenêtres en verre. Nous supposons que c'est une des raisons pour lesquelles nous avons souvent aperçu des petites fractures dans les coins des pièces en verre.



Figure 105 : Forme initiale du clinquant

Nous décidons de refaire cette forme de clinquant en essayant de recalculer les coefficients de sécurité d'une partie de l'ensemble de nos pièces. Nous avons trouvé qu'en changeant la forme du clinquant, nous arrivons à améliorer le coefficient de sécurité de l'ensemble de nos pièces.



Figure 106: Forme modifiée du clinquant



Figure 107 : Coefficient de sécurité de la fenêtre en verre et du fourreau en changeant la forme de la feuille de clinquant au contact des deux surfaces

EXPERIENCE PLASTIFICATION DE POLYMERES

Les matières plastiques sont mises en œuvres par plusieurs procédés différents existants dans le monde de la plasturgie. Dans la plupart des cas, le polymère doit passer l'étape de plastification dans un ensemble vis-fourreau. Ce mode de transformation a un rôle très important du point vue technologique et scientifique, ainsi qu'économique pour les entreprises dans ce domaine. En ce moment, on demande des fonctions supplémentaires à l'ensemble de vis-fourreau-polymère, comme par exemple : le mélange de colorants en poudre et de colorants liquides avec la matière, que le polymère soit recyclable, l'usage de traceurs et de charges minérales, etc. Chaque type de charges fait une nouvelle matière qui a parfois des plages de transformation restreintes. Ces derniers changent les réglages habituels des machines, et en conséquence, les entreprises de la plasturgie doivent dépenser du temps pour retrouver les réglages qui permettent d'obtenir des bonnes pièces finies. C'est pour cette raison que beaucoup d'entre elles essayent de comprendre et d'étudier les comportements de la plastification du polymère afin de pouvoir trouver les réglages avant le lancement de la production en série.

Dans le cadre du projet de FONLIMICS, nous incorporons dans le polymère des charges contenant des nano-traceurs fluorescents dans le but de marquer les produits finis pour aider au recyclage et à la détection des contrefaçons. Ces nano-traceurs fluorescents sont visibles une fois illuminés avec une lumière de longueur d'onde correspond à leur fréquence d'excitation. À part le fait de les détecter sur des pièces finies, l'idée de les voir se mélanger avec le polymère dans le système vis-fourreau nous a apparu intéressante.

Le fourreau à fenêtre est donc conçu pour nous aider :

- à visualiser la transformation du polymère dans le système vis-fourreau : de l'état solide à l'état fondu, autrement dit la plastification des polymères, afin de vérifier ou confirmer toutes les hypothèses proposés auparavant par les différents chercheurs dans le domaine.
- à visualiser et à modéliser l'écoulement du polymère à l'état fondu dans les chenaux de la vis
- à étudier le comportement des nano-traceurs dans le mélange avec le polymère, surtout la dispersion dans le mélange

Dans ce chapitre, nous vous présenterons les résultats de notre expérience que nous avons réalisé avec le fourreau à fenêtres sur la presse à injecter Billion H470 – 200 T au Site de plasturgie de l'INSA de Lyon. Ces résultats comprennent des observations liées à la transformation du polymère, des études de la plastification du polymère. De plus, nous expliquerons les problèmes que nous avons rencontrés lors de l'utilisation des nano-traceurs fluorescéines.

1 État de l'art

1.1 La plastification du polymère

La plastification est la transformation du polymère dans le système vis sans fin – fourreau des procédés d'injection et d'extrusion. Pendant cette étape, les granulés de matières polymères passent de l'état solide à l'état fondu par deux actions principales :

- Le cisaillement par la rotation de la vis dans le fourreau
- La chaleur par conduction des colliers chauffants à travers le fourreau en acier

Dans ce processus de plastification, nous pouvons distinguer trois étapes

- Le convoyage solide (alimentation) : où les granulés de polymère sont transportés depuis la trémie vers l'aval de la vis, tout en se compactant pour former un lit solide qui remplit toute la largeur du chenal de la vis
- La zone de retard à la fusion : où un film de polymère fondu se forme à l'interface entre le lit solide et le fourreau, là où le cisaillement est maximal et où le polymère est le plus proche des colliers chauffants. Ce film croît vers l'aval de la vis. Le lit solide occupe toujours toute la largeur du chenal de la vis
- Et lorsque ce film de polymère fondu a atteint une épaisseur critique, une poche de liquide se crée à l'arrière du filet et l'épaisseur du film fluide se stabilise. La largeur du lit solide diminue nettement le long de la vis jusqu'à sa disparition totale. On qualifie ce processus de plastification avec le lit solide contigu (CSM). Lorsqu'il se produit une désagrégation du lit solide, on parle au contraire de plastification par lit solide dispersé (DSM) [4]

Idéalement, la plastification commence en fin de zone d'alimentation et se termine en fin de zone de compression. La fonte prématurée des granulés en zone d'alimentation entraînerait le colmatage de l'orifice de la trémie, c'est pourquoi celui-ci doit être isolé thermiquement.

1.1.1 Le convoyage solide

Dans le transport des granulés solides, on recherche la vitesse du lit solide et le développement de la pression au sein de ce lit solide.

Cette vitesse de lit solide est différente de la vitesse périphérique de la vis et dépend de la géométrie de la vis (chenal et pas) et des coefficients de frottement du polymère sur le métal de la vis et celui du fourreau. Pour un bon convoyage, il faut que le polymère frotte plus sur le fourreau que sur la vis.

Le fait que le lit solide se compacte (en début de transport la masse volumique solide augmente) fait varier d'autant la vitesse du lit solide. La pression augmente exponentiellement dans la zone d'alimentation et le frottement produit un échauffement considérable.

1.1.2 La zone de retard à la fusion

Dans cette zone, le film de polymère fondu se forme à l'interface et croît le long du chenal de la vis. Durant cette phase il est possible que le polymère fondu pénètre le lit solide comme dans un milieu poreux, comme le suggère *Noriega et al.* [25]. De plus, du polymère fondu s'échappe par l'entrefer entre le fourreau et le haut des filets de la vis. La taille effective de l'entrefer joue un grand rôle dans la croissance de ce film. *Tadmor et Kacir* [26] ont proposé un modèle complexe qui repose sur la connaissance de l'épaisseur initiale du film.

Il est délicat de donner un critère précis selon lequel la zone de retard se termine et la plastification proprement dite commence :

- selon *Noriega* [25], c'est lorsque le lit solide est entièrement saturé en polymère fondu
- d'après *Tadmor et Karcir* [26], c'est lorsque le film de polymère fondu atteint une valeur critique par rapport à l'entrefer (cinq fois la valeur de l'entrefer)
- suivant *Wey et Agassant* [4], c'est quand l'épaisseur du polymère fondu est telle que la surpression, créée par l'écoulement de ce polymère fondu au passage de l'entrefer, est suffisante pour percer le lit solide et ainsi créer une poche de liquide.

Toutes ces approches, pour pouvoir être utilisables, prédictives, nécessiteraient de connaître la valeur réelle de l'entrefer, la perméabilité du lit solide, et la contrainte seuil d'écoulement du lit solide (laquelle doit changer avec le niveau de saturation en polymère fondu). Une solution très simple, où le calcul de cette zone de retard à la fusion a été exprimé empiriquement par *Tadmor et al.* [27], où le film fondu croît linéairement avec le temps selon une vitesse constante jusqu'à atteindre la valeur du début de plastification.

1.2 La plastification en extrusion

Maddock [28] est le premier à observer en 1959 le mécanisme de plastification dans une extrudeuse monovis standard. Lors de ses expériences, l'extrudeuse en régime stationnaire était brusquement arrêtée. Le fourreau était rapidement refroidi, puis la vis extraite de son fourreau. Après avoir retiré l'hélice de matière, granulés et polymère fondu se distinguaient très facilement et il était alors possible d'étudier le profil de la plastification le long de la vis.

Le modèle le plus courant de plastification est celui de *Tadmor* [27, 29], le premier qui ait rendu compte des extractions de vis par *Maddock*. En effet, le cisaillement intense qui se produit entre le lit solide et le fourreau, ainsi que la chaleur qui se propage dans le lit solide, générée par les colliers chauffants, créent et entretiennent un film fondu sur toute la largeur du lit solide. Ce film est constamment essuyé contre le fourreau et se renouvelle continuellement, il est ainsi maintenu à une épaisseur constante. Ceci assure d'ailleurs l'efficacité de la plastification : si cette épaisseur augmentait avec le temps, le cisaillement dans le film est donc l'auto-échauffement diminuerait, tout comme la chaleur amenée par conduction.

Le polymère ainsi fondu se déverse dans la poche de liquide adjacente qui repousse le lit solide contre le filet avant. Le lit solide se déforme et sa largeur diminue en conséquence. Dans le modèle de *Tadmor*, le lit solide est dit librement déformable.

La Figure 108 représente la circulation du polymère dans le film fondu. On comprend bien que l'épaisseur du film change en fonction de la largeur du lit solide puisque le polymère fondu s'accumule depuis le filet jusqu'à l'extrémité de la largeur du lit solide. En effet, le long d'un incrément de longueur dx, le film fluide doit contenir ce qui est fondu le long de dx, c'est-à-dire V_{sy} .dx, où V_{sy} désigne la vitesse relative du fourreau par rapport au lit solide. C'est pourquoi, à la différence de *Tadmor*, pour calculer le débit de fonte, il faut considérer non pas l'épaisseur moyenne du film h, mais sa valeur à l'extrémité.



Figure 108 : Illustration du mécanisme de plastification dans une extrudeuse monovis d'après Tadmor

D'autres points de vue ont été adoptés dans la littérature, notamment sur l'existence probable de films fondus tout autour du lit solide : le long des filets et dans le fond du chenal. Ces films seraient créés par la chaleur propagée par la vis dont la température n'est pas connue, et en tout état de cause ces films ne sont pas essuyés par le mouvement relatif de la vis par rapport au fourreau. Ils croissent jusqu'à une certaine valeur et ensuite, n'étant pas renouvelés comme le film au contact du fourreau, isolent thermiquement le lit solide. Nous n'avons donc pas considéré que leur influence fût importante.

Un autre point controversé concerne l'accélération du lit solide au passage de la zone de compression. Cette accélération serait à l'origine des phénomènes de rupture du lit solide. A l'instar de *Tadmor*, plusieurs chercheurs ont considéré que la vitesse de lit solide est constante tout au long de la vis. Nous n'avons pas trouvé dans la littérature des modèles convaincants et prédictifs, qui permettraient de calculer cette accélération ou décélération du lit solide en zone de compression.

Donovan [30, 31] a été la première à proposer un paramètre d'accélération du lit solide (SBAP) qui varie selon que le polymère est mou ou rigide, mais il faut rappeler que ce paramètre est totalement empirique et a été contesté [32].

Si de nombreuses publications expérimentales s'accordent sur l'existence d'une accélération du lit solide, il n'y a pas d'unanimité sur ce point, et incidemment, *Wong et al.* [33] montre une légère décélération. On peut être sceptique vis-à-vis d'une accélération systématique du lit solide au passage de la zone de compression si l'on considère le schéma suivant :

- si dans la zone de compression, la pression est croissante uniquement, et qu'il existe des films fondus tout autour du lit solide qui agissent comme des lubrifiants, alors le frottement du lit solide contre le fourreau et la vis est considérablement réduit et le lit solide ne progresse plus par l'entraînement de la vis, mais parce qu'il est poussé simplement par le lit solide provenant de la zone d'alimentation, à la vitesse initiale V_{sx}. De plus, les pressions croissantes le long de la vis auraient tendance à le freiner dans sa progression.
- Si par contre, la pression diminue à partir d'un certain point dans la zone de compression, il est possible qu'elle accélère le lit solide, voir le détache en plusieurs morceaux.

1.3 Plastification en injection

À la différence de la plastification en extrusion qui est un phénomène stationnaire, la plastification en injection comprend des phases non stationnaires et le découpage du cycle en différentes phases (dosage, attente, injection, compactage, maintien, refroidissement) est une donnée expérimentale importante. Les vis de plastification en injection sont plus courtes que les vis d'extrusion car les temps de séjour dans le fourreau y sont plus longs. La spécificité de l'injection est qu'en plus de la phase de dosage où la vis est en rotation et plastifie comme une extrudeuse, il existe la phase d'attente où la vis est immobile et le polymère continue de fondre par conduction thermique uniquement. Il y a également la phase d'injection dynamique où la vis se translate uniquement ce qui produit une certaine quantité d'auto-échauffement.

Le point le plus délicat est sans doute le fait que plusieurs profils de plastification sont présents dans un cycle d'injection selon l'instant où le granulé atteint la zone de transport de la vis. De plus, ce point dans la vis où la plastification commence varie lui-même selon que le recul de celle-ci l'éloigne plus ou moins de la première zone de colliers chauffants.

1.3.1 Phase injection

La translation de la vis a une vitesse V_{inj} pendant une durée t_{inj} qui provoque une fonte supplémentaire sans convoyage du lit solide (Modèle de *Nunn* [1])

$$X = X_0 \cdot e^{-\Delta t_{inj} \frac{k_p (T_f - T_p) + \eta V_{inj}^2}{\delta H \rho_p \Delta E_{thlpy}}}$$

Avec kp: conductivité du polymère fondu

T_f: température du fourreau

- T_p : température de fusion du polymère
- η: viscosité en loi puissance thermo-indépendante
- ρ_p : densité du polymère

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2013ISAL0093/these.pdf © [T.L. Pham], [2013], INSA de Lyon, tous droits réservés

Ethlpy : chaleur latente de la fusion du polymère X₀ : largeur du lit solide initiale X : largeur du lit solide actuelle

1.3.2 Phase d'attente

Lorsque la vis s'arrête, le film fondu δ n'est plus essuyé et augmente explicitement avec le temps t_d à partir d'une valeur initiale δ_0 selon les lois de la conduction instationnaire

$$\delta = \sqrt{\frac{k_p (T_f - T_p) \Delta T_d}{\rho_s}} + \delta_0$$

Avec ρ_s : masse volumique du polymère à l'état solide

1.3.3 Phase de rotation après une phase d'attente

Tout d'abord, lorsque la rotation de la vis reprend, le lit solide de polymère partiellement plastifié déjà présent dans le chenal de la vis se réorganise. L'épaisseur du film fondu passe d'une valeur importante à une valeur moindre qui correspond à la plastification en régime stationnaire. Ceci veut dire que le lit solide (librement déformable) voit sa hauteur augmentée et par conséquence sa largeur diminuée pour conserver la masse. Ensuite, la plastification se poursuit comme en extrusion.



Figure 109 : Illustration du mécanisme de plastification en injection

La figure 109 qui est le résultat d'une étude pendant un projet de fin d'étude de *R. Apaloo et al.* [34] fait apparaître les différences de longueur de plastification entre la plastification en continu en extrusion et la plastification cyclique en injection, sur une longueur plus courte mais sur une durée plus grande à cause des phases d'attente.

2 Étude de la plastification du polymère

Nous avons procédé à plusieurs expériences auparavant pour tester la résistance de nos fenêtres en verre, ainsi que la fonctionnalisation de notre ensemble fourreau à fenêtre. Dernièrement, après plusieurs mises en œuvre, nous avons réussi à obtenir nos premiers résultats avec cette innovation. Les caméras cette fois ci nous permettent de capturer et d'enregistrer en continu les photos de polymère dans le système vis-fourreau. Environ 5000 images sont faites pendant une heure de manipulations. Ces photos sont utilisées ensuite pour obtenir des informations concernant la plastification de la matière par traitement d'image. Pour l'instant, le post-traitement des images est obligatoire, car nous n'avons pas encore eu assez de temps de les insérer dans le programme de pilotage des caméras. Nous utilisons Matlab pour créer les différents programmes de traitement. De nombreuses vidéos de la plastification de polymère dans le système vis-fourreau sont réalisées. Ces vidéos seront présentées lors de la soutenance de cette thèse, et sont consultables dans le CD qui suit ce manuscrit. Dans cette partie, nous présentons nos résultats obtenus avec les conditions d'essai, ainsi que les méthodologies d'analyse.

2.1 Conditions d'expériences

- ✓ <u>Presse à injecter</u> : Billion H470 200T
- ✓ <u>Vis</u> : standard toute matière ; contenant 3 zones : alimentation, compression et pompage ; D = 40 mm ; rapport L/D = 23,5 ; vis à pas carré
- ✓ <u>Matière</u>: Polypropylène (PP) BASHKEM C7069 100 NA avec l'indice de fluidité élevée (MFI = 100 g /10 min) (Cf. Figure 110)



Figure 110 : Viscosité du Polypropylène mesurée par un rhéomètre capillaire

- ✓ <u>Températures</u> : les températures réglées sur les différentes zones du fourreau sont 210°C-210°C-210°C-200°C de la buse à la trémie.
- ✓ <u>Caméras</u>: Les caméras sont réglées pour prendre des photos en permanence, les photos sont prises en format HD (2592 pixels x 300 pixels correspondant avec la visualisation de la fenêtre en verre 120 mm x 20 mm), le temps de pose est à 100 ms.
- ✓ <u>Paramètre varié</u> : pour cette expérience, nous n'avons fait varier que la vitesse de rotation de la vis : 20 rpm ; 30 rpm ; 40 rpm et 50 rpm

Les résultats présentés dans les paragraphes suivants sont les observations, qui se font uniquement sur la fenêtre au niveau de la zone de compression de la vis.

2.2 Observations générales

Nous donnons ici nos constatations des différents phénomènes que nous remarquons -en regardant les photos et les vidéos. Les images brutes nous donnent les informations générales de ce qui se passe dans la phase injection de l'ensemble vis-fourreau.



Figure 111 : Observation générale des images capturées pendant l'expérience

La Figure 111 montre l'observation générale que nous avons obtenue sur presque toutes les photos capturées. Nous avons les zones les plus sombres qui sont des filets de la vis. Les zones plus claires (voir blancs) sont les lits solides du polymère. Les zones grises représentent le polymère fondu. Puis les spots les plus clairs sont des grains de polymères non fondus. À cause de temps de pause trop lent des caméras, les photos ont subies un flou de bouger. Par contre, grâce à ce flouté sur presque toutes les images, nous pouvons utiliser le tracé des spots pour analyser les différents paramètres du lit solide.

Nous constatons que le lit solide se trouve en général sur les trois chenaux de la vis. Par contre, nous remarquons aussi que la rupture du lit solide se passe de manière assez aléatoire pendant toute l'expérience.



Le film fondu à côté du filet de la vis



La Figure 112 illustre très clairement qu'entre le lit solide et le filet de la vis, il existe un film de polymère fondu. Ce film est créé par conduction thermique entre le polymère et le filet de la vis. Ainsi, nous confirmons la présence d'un film de polymère entre le lit solide et la paroi du fourreau, conformément à la littérature sur la plastification du polymère.

Pendant l'expérience, nous avons quelques moments d'arrêt de la vis pour changer les conditions d'essai. Des constatations très intéressantes à remarquer durant ces moments sont l'inertie de matière et le fondu de polymère par conduction pure. En effet, quand nous arrêtons la vis, nous voyons que le lit solide continue de tourner dans le chenal de la vis. Il s'arrête après plusieurs secondes. Et aussi, le film fondu à côté du filet de la vis s'agrandit, les grains solides de plastique fondent uniquement par la conduction pure. Les mesures de vitesse de fusion qui sont faites par traitement d'images nous confirment que la largeur de ce film augmente linéairement par rapport au temps (Cf. Figure 113).



Figure 113 : Mesure de la largeur du film fondu en fonction du temps

2.3 Conduction pure de polymère



Figure 114 : Phénomène de fusion du lit solide par conduction pure pendant le recul de la vis. (a) Début et (b) Fin

Le phénomène de conduction pure est constaté quand on recule la vis (Cf. Figure 114). Nous l'avons arrêté et reculé volontairement pour changer des conditions de test. Puis nous avons vu que à ce moment-là, le lit solide continue à fondre, le film fondu à côté du filet de la vis n'arrête pas de croître. Ce phénomène est important à remarquer, car le procédé d'injection n'est pas continu, et dans le cycle d'injection, nous avons toujours la phase où la vis recule.

2.4 Rupture du lit solide

Au cours de l'expérience, nous constatons plusieurs fois la rupture du lit solide. Quelle que soit la vitesse de rotation de la vis, ce phénomène apparaît de façon assez régulière. Les images dans Figure 115 montrent quelques exemples de ces ruptures du lit solide. Une des explications possible est la contre pression trop faible appliquée sur la vis, donc sur la matière. En plus, l'observation se fait à la zone de compression de la vis, où il y a le plus de complexité au niveau de la pression, d'où la discontinuité du lit solide.



Rupture du lit solide à 50 rpm Figure 115: Quelques exemples de la rupture du lit solide

2.5 Les vitesses du lit solide

2.5.1 Le post-traitement des images

Grâce au flouté des images, nous pouvons constater que des grains de polymères non fondus créent des traces brillantes, bien distinctes de l'ensemble du lit solide. Ces traces montrent le parcours de ces grains de polymères pendant le temps de pose de la caméra. À partir de ces images, nous mesurons la longueur du parcours (longueur du grain) et l'angle du grain. Nous calculons ensuite par projection les vitesses de rotation et les vitesses de translation des grains de polymères (Cf. Figure 116). Et comme ces grains de polymères non fondus se trouvent souvent dans le lit solide, nous considérons que c'est la vitesse générale du lit solide.



Figure 116 : Illustration de la méthode de mesure sur les images contenant des grains de polymère non fondu.

2.5.2 Les étapes de traitement :

- Les photos sont tout d'abord régénérées en contraste, pour faire apparaître plus clairement les traces des grains de polymères non fondu. Cette étape est passée automatiquement sur l'ensemble des photos traitées.
- Ensuite, nous rappelons chaque photo à l'écran. Si elle ne présente pas de grains de polymères non fondus dans la photo, on ne la traite pas. S'il y a des traces de grains non fondus, on choisit les zones qui contiennent ces grains en dessinant un carré qui entoure la zone d'intérêt.
- Grâce à nos fonctions écrites avec Matlab, l'ordinateur nous donne les paramètres de la trace que nous venons de choisir : vitesse de rotation, vitesse de translation et angle de rotation. Les paramètres sont enregistrés dans un fichier texte (.txt).
- Une fois que toutes les photos sont passées par les étapes précédentes, nous obtenons à la fin un fichier avec l'ensemble des résultats. Nous tracerons ensuite les courbes de distributions des paramètres.

2.5.3 Résultats

Avec les programmes de traitement d'images, nous avons utilisé une série de 1000 images capturées pendant l'expérience. La vis tourne à 20 tours/minute. Les grains de solides ont créé leurs traces de trajectoire dans le lit solide. Ces traces nous permettent de calculer l'angle de rotation, les vitesses de rotation et de translation du lit solide. Nous décidons ainsi de tester en même temps la dépendance de ces paramètres par rapport à la position dans le chenal de la vis. Dans cette série, nous avons trouvé 500 spots lumineux qui sont exploitables par notre

méthode de mesure. Le résultat du traitement donne la probabilité des vitesses et des angles de propagation calculés. Les plus hautes valeurs de probabilité sont considérées comme les valeurs exactes, desquelles on détermine les vitesses et l'angle du lit solide.

- L'angle du lit solide : environ 60° par rapport à l'axe horizontal de la vis
- La vitesse de rotation du lit solide = 0,43 x Vitesse de rotation de la vis
- La vitesse de translation du lit solide = 0,54 x Vitesse de translation de la vis

Les courbes des résultats sont présentes dans les Figure 117, Figure 118, Figure 119, Figure 120.



Figure 117 : Distribution de la vitesse de rotation du lit solide par rapport à la vitesse de rotation de la vis. Vitesse de rotation du lit solide = 0,43 x Vitesse de rotation de la vis



Figure 118 : Distribution de la vitesse de translation du lit solide par rapport à la vitesse de translation de la vis. Vitesse de translation du lit solide = 0,54xVitesse de translation de la vis



Figure 119 : Distribution de l'angle du lit solide par rapport à l'axe de la vis. L'angle moyen de rotation de la vis est de 60° par rapport l'axe de la vis

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2013ISAL0093/these.pdf © [T.L. Pham], [2013], INSA de Lyon, tous droits réservés



Figure 120 : Distribution de la vitesse de rotation du lit solide en fonction de sa position le long de la vis. La vitesse ne dépend donc pas de la position sur la vis

2.6 Largeur du lit solide

La mesure de largeur du lit solide se fait sur une série de 1000 images, contenant 4 différentes vitesses de rotation de la vis, 20 tours/min, 30 tours/min, 40 tours/min, et 50 tours/min. Les trois zones de la vis sont automatiquement détectées. Grâce à notre programme d'analyse, nous pouvons repérer les différentes tranches d'image de chaque vitesse de rotation. Les calculs sont faits uniquement quand la rupture du lit solide est absente, lorsque la matière est stable dans le système vis-fourreau. Le traitement d'images nous donne en résultat l'intensité lumineuse des différentes phases présentes. Les plus fortes intensités représentent le lit solide, les plus faibles pointent sur les filets de la vis. Il existe certainement des intensités de transition, qui présentent donc le lit fondu. Nous constatons que comme prédite, la largeur du lit solide augmente quand la vitesse de la vis augmente.



Figure 121 : Profil de la largeur du lit solide en zone observée (zone de compression) à toutes les conditions de la vitesse de rotation de la vis.

2.7 Comparaison avec les simulations numériques

Le programme SIMPLAST, disponible au Site de Plasturgie, a pour objectif de donner l'évolution de différents paramètres (hauteur du lit solide et épaisseur film fondu par exemple) au cours de la plastification. SIMPLAST permet de simuler la plastification en extrusion et en injection, dans notre cas nous nous concentrerons sur la simulation en injection et l'exploitation des résultats.

Nous avons utilisé les paramètres de notre expérience (propriétés de polymères, données géométries de la vis, et paramètres de réglages de la presse à injecter). Nous comparons nos résultats d'expériences avec deux simulations : en mode injection et en mode extrusion. L'évolution de la largeur du lit solide par simulation numérique est en parfaite concordance avec la théorie. La plastification évolue en fonction de la vitesse de rotation de la vis. Dans la zone de compression, le profil de la largeur du lit solide en simulation correspond bien avec le profil obtenu lors de l'expérience réalisée avec le fourreau à fenêtre. Nous espérons donc pouvoir réaliser les mêmes résultats aux différentes zones de la vis.



Figure 122 : Résultat d'évolution de la largeur du lit solide en fonction de la vitesse de rotation de vis par simulation numérique sous SIMPLAST, simulation en mode injection, en comparaison avec les résultats expérimentaux- PID J. ALBA HERNANDEZ [35]



Figure 123 : Résultat d'évolution de la largeur du lit solide en fonction de la vitesse de rotation de vis par simulation numérique sous SIMPLAST, simulation en mode extrusion, en comparaison avec les résultats expérimentaux - PID J. ALBA HERNANDEZ [35]

3 Problème lié aux charges fluorescéine

Dans l'objectif global du projet, nous voudrions utiliser le mélange maître PP – Talc marqué fluorescéine afin de modéliser la plastification du polymère, d'étudier la dispersion de charges dans le système injection mono vis. (PID *D. Prigent* [36] et *F. Royer* [37])

Les talcs ou stéatites sont généralement des silicates hydratés de magnésium $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ et quelquefois d'aluminium $Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$. Parmi leurs caractéristiques, nous citerons:

- bonne inertie aux agents chimiques
- coloration facile
- bonne stabilité thermique jusqu'à 300 °C
- faible conductivité thermique
- bonne résistance aux chocs thermiques
- atoxicité (adjuvant conforme à la réglementation des matériaux au contact avec les aliments)
- facilité de répartition dans la matrice

Le talc utilisé dans notre étude a été marqué par la fluorescéine ce qui lui confère des propriétés de fluorescence nécessaire. La fluorescéine ($C_{20}H_{10}Na_2O_5$ ou 3H-xanthene-3-one) est une substance chimique complexe composée de deux molécules de phénols liées à un cycle furane lui-même relié à un acide benzoïque. Cette substance dérivée du xanthène, acide, de couleur rougeâtre vue en transparence, et vert-fluo vue par réflexion de la lumière du jour, émet une lumière réfléchie de fluorescence lorsqu'elle est excitée.



Figure 124 : Poudre de fluorescéine et couleur émise lors de l'excitation de la fluorescéine mélangée dans l'eau

Dans le projet, il était prévu de mélanger du talc marqué fluorescéine à 50 ppm (particules par million) à hauteur de 20% dans le PP. Le problème rencontré au moment des premiers essais était que la fluorescéine ne fluoresçait pas. Deux raisons peuvent être à l'origine de ce problème.

1^{ère} raison : le phénomène de quenching.

Ce phénomène apparait entre les grains de fluorescéine lorsqu'ils sont en contact. Le contact entre deux molécules a pour effet de les désactiver, elles n'émettent donc plus de rayonnement fluorescent. Cependant, le phénomène de quenching diminue lorsque la température augmente et nous nous trouvons dans un cas où la température se situe autour de 200°C. De plus l'utilisation de la fluorescéine se fait dans des concentrations très faibles et moins il y a de

molécules plus les probabilités de contact sont faibles. A priori, ce n'est pas ce problème qui est présent.

2^{ème} raison : L'opacité de mélange PP – talc marqué

C'est le talc qui rend le mélange opaque. Le talc étant opaque naturellement, et il rend facilement les polymères translucides, comme le polypropylène. Il est donc très difficile de faire passer le laser pour exciter les particules fluorescentes.

Nous proposons quelques solutions pour pouvoir réaliser les tests avec notre système fourreau à fenêtres:

☺ Trouver un autre solvant intermédiaire entre la fluorescéine et le PP, pour un mélange PP – fluorescéine pure.

Pour trouver un composé soluble à la fois avec la fluorescéine et mélangeable avec le polypropylène il faut commencer par rechercher les solvants des deux composés. Après quelques recherches il s'avère que la fluorescéine est soluble dans l'eau et l'acétone. Quant au PP il possède très peu de solvants et pour obtenir une solution homogène il faut des conditions spéciales notamment en température.

☺ Utiliser la paraffine

Une autre expérience réalisée est d'utiliser la paraffine qui a l'avantage de pouvoir se mélanger avec le PP. Il faut donc voir si la paraffine peut solubiliser la fluorescéine. Pour cela on utilise deux solutions : une de fluorescéine + eau et une autre fluorescéine + acétone. À chaque solution on ajoute des grains de paraffine et on chauffe. Le but étant de faire fondre la paraffine et de chauffer suffisamment pour que l'eau et l'acétone s'évaporent et qu'il reste une émulsion paraffine + fluorescéine. Malheureusement après obtention de l'émulsion on observe que la fluorescéine ne s'est pas mélangée avec la paraffine. Cette solution n'est donc pas envisageable.

[©] *Remplacer la fluorescéine par un autre fluorophore ne nécessitant pas de talc.*

On peut aussi rechercher un autre fluorophore plus facile à mélanger au PP. Cependant, le système de laser et caméras ayant été prévu pour la fluorescéine, il faudrait un fluorophore qui réagisse dans les mêmes conditions. Dans le cadre du projet FONLIMICS, étant en rapport avec des industriels, ceux-ci souhaitaient l'utilisation de la fluorescéine, ou des terres rares. Mais les terres rares risquent d'abimer les surfaces de nos fenêtres en verre.

© Trouver une concentration de talc qui permette à la fois le mélange PP – talc marqué fluorescéine et la conservation de la transparence.

La dernière possibilité était de réduire la proportion de talc ajoutée au polypropylène. La difficulté était qu'il fallait garder une quantité assez élevée de talc pour que le mélange se fasse dans les meilleures conditions, tout en ne le rendant pas opaque. Autre difficulté de taille : les fenêtres s'étant fissurées lors du premier essai on ne pouvait pas faire nos expériences immédiatement

Après avoir étudié chaque solution, la quatrième semble la plus adaptée car la plus simple à mettre en œuvre. Lors de plusieurs essais de mélange avec plusieurs concentrations, le résultat s'est révélé concluant. Il faut donc utiliser une concentration de 1% en talc marqué fluorescéine afin de conserver de bonnes propriétés de mélange et permettre la fluorescence. Cette solution sera utilisée lors de nos prochains tests avec notre fourreau à fenêtre.