Impact de la température sur la morphologie d'agrégats de nanoparticules de latex de type MBS lors d'un procédé d'agglomération en milieu liquide

Ali HAMIEH[1,2],Carole COUFORT-SAUDEJAUD[1],Aline COUFFIN[2],Alain LINE[3],Christine FRANCES[1]

1 : Laboratoire de Génie Chimique, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, Toulouse, France

2 : ARKEMA FRANCE, Groupement de Recherches de Lacq, France

3 : TBI, Université de Toulouse, CNRS, INRA, Toulouse, France

Contexte

De nombreuses applications industrielles mettent en œuvre des solides dispersés lors d'opérations de synthèse ou de mise en forme. Les propriétés fonctionnelles et/ou la qualité du solide final sont intrinsèquement liées à la morphologie des agrégats. Ce travail porte sur l'agglomération de nanoparticules de latex (type MBS) utilisées dans la formulation de divers produits de consommation courante : plastique pour habitacle de voitures, coques de smartphones…. L'objectif est de mieux comprendre l'influence de la température sur le processus d'agrégation en milieu concentré.

Matériels et méthodes

Des expériences d'agglomération ont été réalisées dans une cuve équipée de quatre chicanes et munie d'une double enveloppe, agitée à l'aide d'un agitateur constitué de deux hélices superposées à quatre pales, commercialisées par BOLA Rührwellen. Les essais ont été réalisés selon une procédure en deux étapes [*Navarro et al., 2012*]. La suspension initiale, contenant des nanoparticules de latex de type MBS, de concentration fixée, est déstabilisée par ajout contrôlé d'un coagulant à température modérée (T_1) à l'aide d'une pompe péristaltique. Dans une deuxième phase, la température de la suspension est portée à une valeur (T_2) et maintenue sous agitation pendant 30 minutes pour permettre la consolidation des agrégats. La distribution de taille des agrégats ainsi que leur dimension fractale ont été suivies par diffraction laser à l'aide d'un Mastersizer MS3000. En outre, les propriétés morphologiques [*Guérin et al., 2019*] des agrégats ont été quantifiées via la mise en œuvre d'un microscope automatisé couplé à un système de traitement d'images.

Principaux résultats et discussion

L'évolution de la distribution de taille des agrégats au cours du procédé, caractérisée en nombre et en volume, a permis de conclure que 2 phases d'agglomération se succédaient : la phase de coagulation à T_1 qui correspond à la déstabilisation par neutralisation des charges des nanoparticules de latex et la consolidation des agrégats lors de la chauffe. A la fin de la première phase de coagulation (cf. Figure 1), les 2 distributions en nombre et en volume sont très éloignées ce qui traduit l'hétérogénéité de la population formée. Après la phase de chauffe à 95°C, la population devient plus homogène et les agrégats formés sont plus grands. Pour mieux comprendre l'effet de la température, plusieurs expériences, réalisées à différentes températures de chauffe (T_2), sont présentées dans la Figure 2. Dans le cas où la température est maintenue à 42°C, les agrégats n'évoluent plus après la phase de coagulation. Au contraire, en augmentant la température de la deuxième phase, la distribution se déplace vers la droite. La différence majeure entre les distributions volumiques à 60°C et 80°C est la présence d'une deuxième sous-population, suggérant la présence de petits agrégats à 60°C. De manière complémentaire, la distribution en nombre montre qu'à 60°C la majorité des agrégats sont inférieurs à 10 µm (similaire à ce qui est obtenu à 42°C), alors qu'à partir de 80°C les petits agrégats

ont tendance à se re-agréger pour atteindre une taille maximale à 95°C. En termes de morphologie, la valeur moyenne de la dimension fractale augmente de 2,1 après la coagulation à 2,7 après le passage à 95°C. Cela implique que les agrégats tendent vers une forme plus sphérique. Ce résultat est confirmé par l'analyse des données du morphomètre qui montre que la majorité de la population finale (plus de 80% en nombre) a des valeurs de circularité élevées (>0,8).

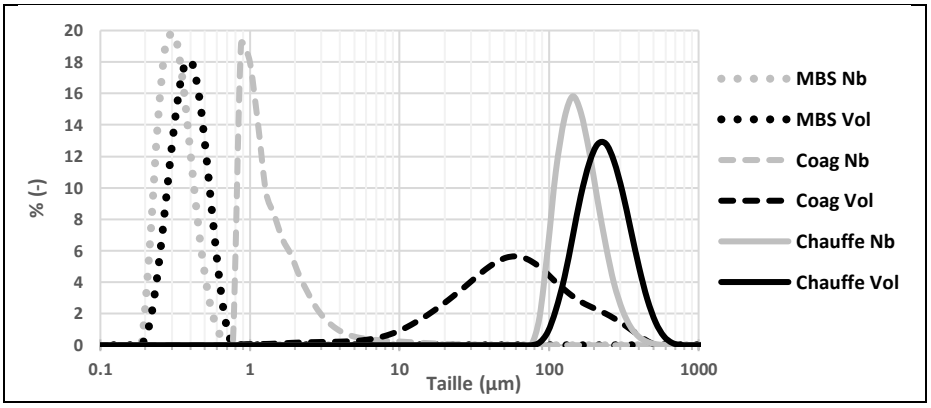

Figure 1 : Evolution globale (T_2=95°C) - Distribution des tailles en nombre et en volume.

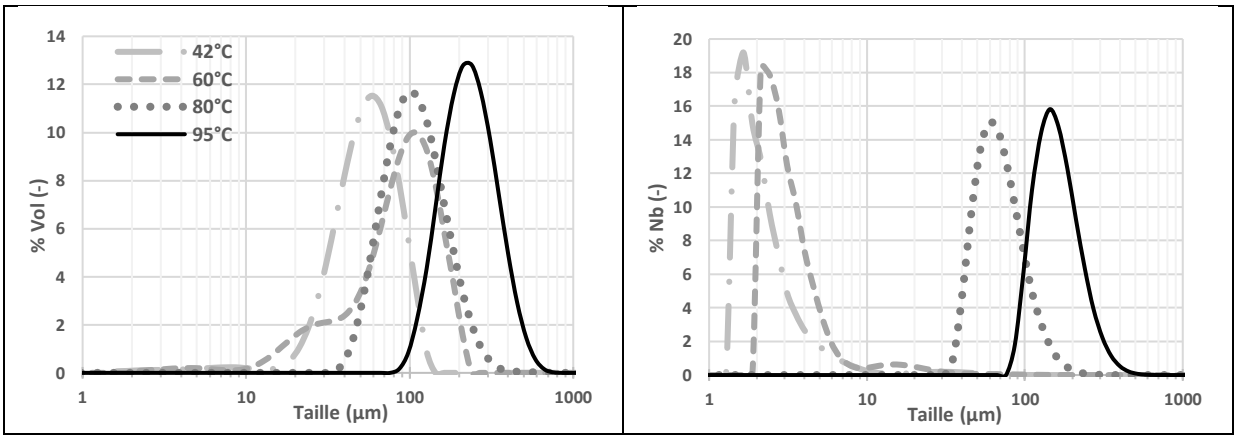

Figure 2 : Effet de la température (T_2) sur les distributions (volume à gauche et nombre à droite).

L'aptitude à l'agglomération pendant la phase de chauffe semble être liée aux caractéristiques intrinsèques du matériau. En effet, l'analyse DMA (Analyse mécanique dynamique) a montré que la température de transition vitreuse de l'enveloppe du latex MBS (PMMA) se situe autour de 90-100°C. Dans cette gamme, les propriétés mécaniques du latex évoluent vers une plus grande capacité de déformation [*Kostansek, 2004*]. Ainsi, plus la température de chauffe est proche de la température vitreuse, plus l'agglomération est favorable et la population d'agrégats tend à être homogène en nombre et volume.

Références bibliographiques

Guérin, L.; Frances, C.; Liné, A.; Saudejaud, C. Fractal dimensions and morphological characteristics of aggregates formed in different physico-chemical and mechanical flocculation environments. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects,* 2019, 560, 213–222.

Kostansek, E. Controlled Coagulation of Emulsion Polymers. *JCT Research*, 2004, Vol. 1, No. 1.

Navarro, C.; Girois, S.; Bay, E.; Saint-Martin, J.-C. Process for core shell impact modifiers and impact modified thermoplastic composition with enhanced hydrolytic resistance. *EUROPEAN PATENT SPECIFICATION,* 2012, n°20120157601, EP 2 465 884 B1.