

ETUDE DE LA DISTRIBUTION DES TEMPS DE SEJOUR (DTS) DANS UN REACTEUR EXTRUDEUR BI-VIS UTILISE COMME EXTRACTEUR LIQUIDE/SOLIDE : CAS DE L'EXTRACTION DES HEMICELLULOSES DE PEUPLIER

Senghane N'DIAYE¹, Laurent PRAT¹, Luc RIGAL^{2*}

¹ Laboratoire de chimie Agro-Industrielle UA INRA 31A1010, INP-ENSIACET
118 route de Narbonne, 31077 Toulouse cedex 4, France

² Laboratoire de Génie chimique - UMR 5503 CNRS, INP-ENSIACET 5 rue
Paulin Talabot, BP 1301, 31106 Toulouse cedex1, France

(Reçu le 10/10/2003 – Accepté le 02/04/05)

Summary : An experimental method to determine the residence time distribution of the liquid and solid phases in twin-screw reactor employed as liquid/solid reactor is developed by coloured tracer injection. Experimental designs were employed to study the influence of screw rotation speed, the liquid flow rate and the screw profiles. A reduction in the speed of rotation of the screw and/or an increase in the bilobal paddles length led to increased residence time of both the liquid and solid phases. The extraction yield of hemicelluloses increased with an increase in the liquid flow rate.

Key words : residence time distribution, twin-screw reactor, hemicelluloses, extruder, solid-liquid extraction

I - INTRODUCTION

L'étude de la distribution des temps de séjour (DTS) est une approche qui permet d'obtenir une représentation des écoulements dans un réacteur^{[1] [2]}. Ainsi, il est possible de rechercher à quel type de combinaison de réacteurs modèles connus correspond le contacteur

* Auteur de correspondance : lrigal@ensiacet.fr

étudié. Cette méthode a été abondamment exploitée dans le cas de la mise en œuvre des extrudeurs bi-vis en phase homogène fondue, dans le domaine des polymères plastiques^{[3] [4]} et de la cuisson-extrusion de l'amidon^{[5] [6]}. Dans le cas de l'extraction liquide-solide cette approche s'avère plus complexe en raison de la présence de deux phases. Elle n'a jamais été appliquée dans le cas de l'extrudeur bi-vis mis en œuvre comme extracteur liquide/solide^[7]. L'objectif de ce travail est, dans le cas particulier de l'extraction des hémicelluloses de peuplier par une solution de soud^{[7] [8]}:

- de mettre au point une méthode de traçage de la phase solide et de la phase liquide permettant de déterminer les distributions de temps de séjour dans l'extrudeur bi-vis

- d'étudier l'influence de la vitesse de rotation des vis, du débit de liquide et du profil de vis sur le temps de séjour moyen

- d'établir les corrélations avec le rendement d'extraction des hémicelluloses.

Les hémicelluloses sont des glucides polymérisés, qui donnent à l'hydrolyse des oses variées (hexoses, pentoses) et des acides uroniques. Ces polymères peuvent aussi trouver des applications en tant que films biodégradables ou comme additifs rhéologiques.

MATERIEL ET PROCÉDES

MATIÈRE PREMIÈRE

Le bois de peuplier est fourni par la société "Cellulose d'Aquitaine" (Saint Gaudens, France). Il est préalablement divisé en copeaux 15x2x2 mm par un broyeur à marteau type Electra VS1 (Poudenas 47130 France).

La composition moyenne des copeaux est de 24g/100g MS en lignine (T220M 88 : Tappi) ; 52.8g/100g MS en cellulose et 16g/100g MS en hémicelluloses (ADF-NDF^[9]) ; 0.7g/100g MS de matière minérale (ASTMD - 1106).

PRINCIPE DE L'EXTRACTION DES HEMICELLULOSES

La méthode la plus classique pour extraire les hémicelluloses est l'utilisation comme solvant d'une solution aqueuse basique ⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾. Pour extraire les hémicelluloses du bois de peuplier, la soude est utilisée comme agent basique. A l'issue de la réaction, la phase liquide récupérée est concentrée à 50% par évaporation. Le concentrat est acidifié à pH 5 par ajout d'acide acétique. On ajoute 2.5 V/V d'éthanol pour précipiter les hémicelluloses. La solution est laissée dans une enceinte à 4°C pendant 18 heures. Après filtration les hémicelluloses sont séchées.

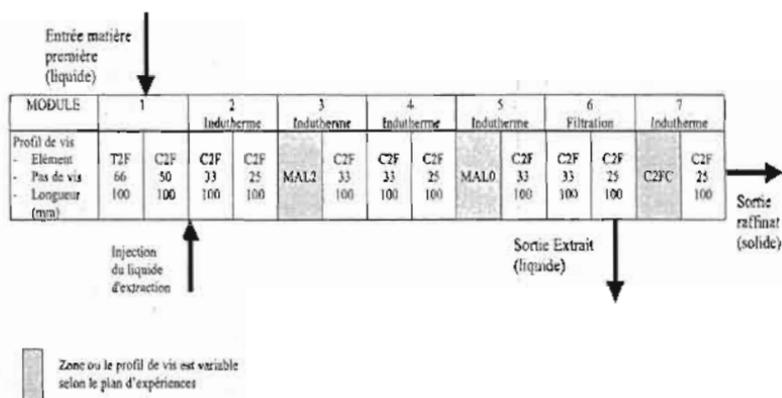
RÉACTEUR EXTRUDEUR BI-VIS

Les expériences sont réalisées dans un réacteur extrudeur type BC 45 (rayon extérieur : 27,7 mm ; distance entre les axes : 45 mm) fabriqué par la société Clextral (Firminy France). Le réacteur est constitué de deux vis identiques co - pénétrantes et co- rotatives qui tournent dans un fourreau de 1.4 m de long. Le fourreau est constitué de 7 modules de 20 cm. Quatre des sept modules sont équipés de chauffage à induction et d'un système de refroidissement. Le sixième module est équipé de filtres demi - cylindriques constitués de bandes percées de trous coniques (diamètre intérieur 1mm, diamètre extérieur 2mm). Un contre filet placé en aval de ce module permet la séparation des phases liquide et solide. La solution de soude est injectée par une pompe volumétrique. Les copeaux sont introduits dans le réacteur par une trémie d'alimentation au dessus du premier élément du fourreau qui est un module d'introduction.

Les vis sont constituées d'éléments montés sur deux arbres cannelés reliés au moteur. Cinq types d'éléments forment le profil de vis utilisé : les T2F, vis à pas direct trapézoïdales à deux filets, les C2F, vis à pas direct conjuguées à deux filets, les MAL2, éléments malaxeurs bilobes (montés à 90°), les MAL0, éléments malaxeurs monolobes et les

C2FC (contre filet), vis à pas inverse conjuguées à deux filets. Les éléments de vis (T2F, C2F, C2FC) peuvent avoir des pas de vis variant de 25 à 60 mm.tr⁻¹ et des longueurs 25 à 100 mm. Les éléments malaxeurs ont une épaisseur de 10 mm. Le profil de vis utilisé (figure 1) et les rôles des différents éléments de vis ont été définis dans des travaux antérieurs [7].

FIGURE 1 : Configuration du réacteur et Profil de vis



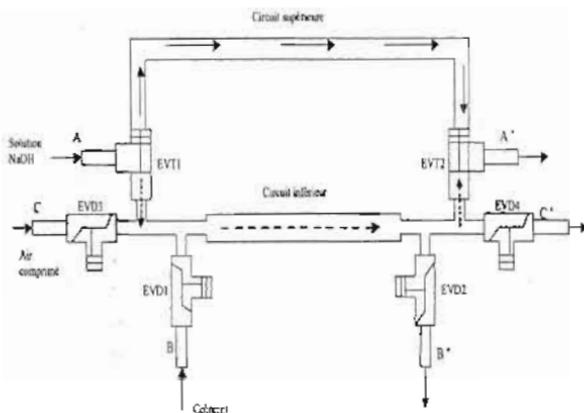
DÉTERMINATION EXPÉRIMENTALE DE LA DTS

Le milieu réactionnel est hétérogène, constitué d'une phase liquide et d'un solide poreux. Les phénomènes d'échanges entre phases sont rendus plus complexes par la superposition de la réaction chimique de solubilisation des hémicelluloses. Pour simplifier cette étude, nous avons déterminé les DTS des phases liquide et solide séparément en injectant le traceur dans l'une des phases (liquide ou solide) et en prélevant à la sortie liquide ou solide des échantillons à intervalles réguliers.

DTS DE LA PHASE LIQUIDE

L'injection du traceur se fait au niveau de l'alimentation liquide grâce à une boucle d'injection (figure 2).

FIGURE 2 : Schéma du système d'injection du traceur liquide



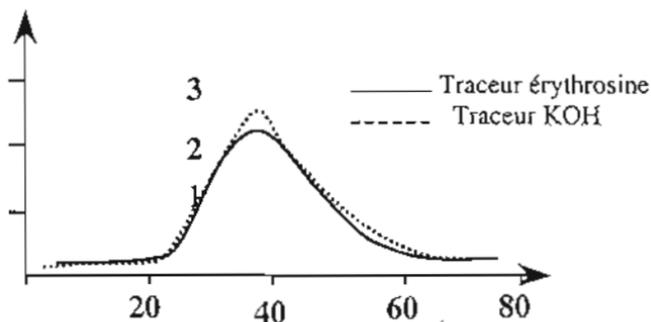
Le tube A est relié à la pompe d'alimentation en solution de soude. Le tube A' fixe la boucle d'injection au réacteur. Lorsque les deux vannes à trois voies EVT1 et EVT2 sont hors tension, la partie inférieure de la boucle est isolée, l'écoulement se fait par le circuit supérieur. Ainsi, on peut mettre sous tension les électrovannes EVD3 et EVD4 et envoyer de l'air comprimé et purger le circuit inférieur. Pour remplir celui-ci de colorant, on met sous tension l'électrovanne à deux voies EVD1 qui est reliée à un réservoir de traceur. L'électrovanne à deux voies EVD2 s'ouvre simultanément à EVD1. Ainsi, lorsque le circuit est rempli de traceur, on le laisse s'écouler quelques secondes par la voie B' pour chasser les bulles d'air. Lorsque les électrovannes EVD1 et EVD2 sont fermées, le circuit inférieur renferme 17 ml de traceur. Pour l'injecter, on met simultanément sous tension les électrovannes EVT1 et EVT2, la solution passe par le circuit inférieur. L'ensemble des tubes utilisés pour réaliser l'injection est en acier inoxydable. Les électrovannes sont normalement fermées.

La durée d'injection du volume de cette boucle pour un débit de liquide moyen de 36 L/h est de 1,7 secondes. On peut donc considérer l'injection comme une impulsion.

Le traceur utilisé est un colorant rouge, l'érythrosine dissoute dans une solution de soude de concentration identique à celle injectée. Les échantillons sont prélevés au niveau de la phase liquide et dosés par colorimétrie.

Pour valider le choix de l'érythrosine comme traceur, une DTS avec une solution de potasse de même normalité que la solution de soude extractante a été déterminée. Les échantillons, prélevés à la sortie du filtre sont dilués, et dosés par chromatographie ionique haute performance. On obtient des courbes de DTS identiques à celle obtenus avec l'érythrosine (figure 3).

FIGURE 3 : Comparaison des courbes de DTS liquide obtenues avec deux traceurs différents. Conditions opératoires: V_v : 175 tr/min; Q_l : 36.5 l/h; NaOH : 5%; Q_s : 4.2 kg/h; T : 55°C.



DTS DE LA PHASE SOLIDE

Du bois de peuplier coloré par l'érythrosine est utilisé pour tracer la phase solide. 100g de bois de peuplier sont mélangés avec 2 litres d'une solution d'érythrosine à 4% dans l'eau pendant 48 heures. Le

solide coloré en rouge est récupéré après filtration et séché à l'étuve. 2g de bois coloré sont injectés manuellement au niveau de l'alimentation solide.

PROTOCOLE DE DETERMINATION DE L'INTENSITE COLOREE DES ECHANTILLONS DE LIQUIDE ET DE SOLIDE

PHASE LIQUIDE

A partir du temps zéro d'injection du traceur, les échantillons de filtrat coloré sont prélevés toutes les 5 secondes. Pour éliminer les hémicelluloses qui absorbent à la longueur d'onde choisie pour le colorant, le protocole suivant a été adapté:

- . Centrifugation des échantillons et prélèvement de 2ml du surnageant

- . Dilution à 1/5 par ajout d'eau déminéralisée.

- . Neutralisation par addition de 0.4ml d'acide acétique : le pH est ramené entre 4 et 5.

- . Précipitation des hémicelluloses par rajout de 10ml d'éthanol.

- . Centrifugation de la solution et dosage du surnageant par spectrophotométrie à 538nm.

PHASE SOLIDE

Les raffinats (solide), marqués sont récoltés toutes les 10 secondes. Les échantillons sont ensuite homogénéisés par broyage et étalés en couche uniforme dans des boîtes de Pétri. L'intensité de la coloration rouge est mesurée directement sur le solide avec un spectrophotocolorimètre (Minolta CM - 508i). Le témoin est un échantillon prélevé avant l'injection du traceur.

MATRICE D'EXPERIENCE

La réalisation de matrice d'expérience permet de calculer les coefficients de modèles poly nominaux reliant les variables opératoires à chaque réponse étudiée^[12]. Ce calcul, ainsi que l'analyse statistique

des résultats et le tracé des surfaces de réponse, sont réalisés grâce au logiciel NEMROD^[13].

Modélisation des écoulements

Pour décrire les écoulements des deux phases dans le réacteur, nous avons utilisé un modèle piston dispersion axiale qui a l'avantage de bien représenter les DTS expérimentales avec un minimum de paramètres. Un programme écrit en FORTRAN permet de déterminer les paramètres du modèle qui sont au nombre de deux :

- τ : le temps de passage ou le temps de séjour moyen

- Pe : le nombre de Peclet qui compare les phénomènes de convection et de dispersion défini par : $Pe = U \cdot L / D_a$

Avec : U = vitesse du fluide, L = longueur du réacteur et

D_a = coefficient de dispersion axiale

Resultats et discussions

INFLUENCE DE LA VITESSE DE VIS ET DU DÉBIT DE LIQUIDE SUR LES DTS DES PHASES

L'influence de la vitesse de rotation des vis et du débit de liquide a été étudié grâce à la réalisation d'une matrice d'expérience de Doehler^[14] pour les deux phases, liquide et solide (tableau 1).

TABLEAU 1 : Matrice d'expériences de Doehlert pour l'étude de l'influence de la vitesse de rotation des vis et du débit de liquide sur les DTS et le rendement d'extraction des hémicelluloses

Essais	Vitesse de rotation des vis (tr/mn)		Débit de liquide (kg/h)	
	X_1	U_1	X_2	U_2
D ₁	0	175	0	36.5
D ₂	1	250	0	36.5
D ₃	-1	100	0	36.5
D ₄	0.5	213	0.866	51.5
D ₅	-0.5	138	-0.866	21.5
D ₆	0.5	213	-0.866	21.5
D ₇	-0.5	138	0.866	51.5

Centre d'intérêt : U_1^0 : 175 tr/mn ; U_2^0 : 36.5 kg/h

Pas de variation : ΔU_1 : 75 tr/mn ; ΔU_2 : 15 kg/h

Débit de solide : 4.2 kg/h ; température : 55°C ; % NaOH : 5%

Dans chaque cas, le modèle piston dispersion axiale a conduit à une adéquation entre les courbes expérimentales et les courbes théoriques (figures 4 et 5).

FIGURE 4 : Comparaison entre les courbes de DTS

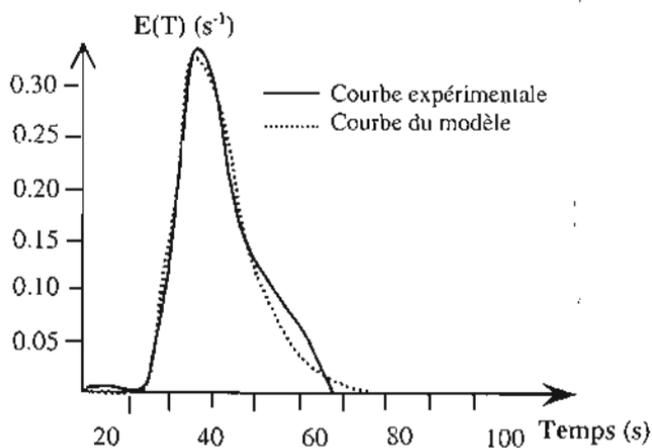
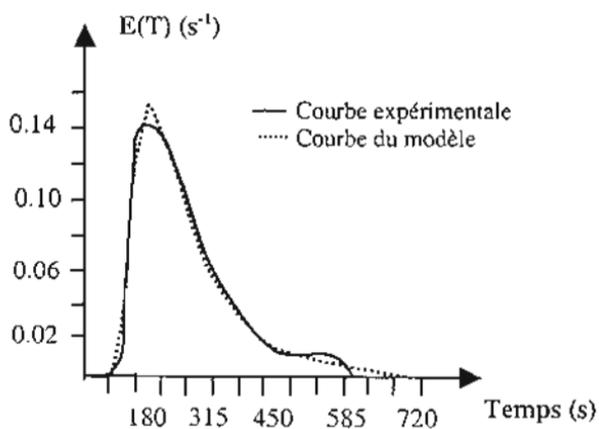


FIGURE 5 : Comparaison entre les courbes de DTS



de la phase liquide, expérimentale et modélisée.

de la phase solide, expérimentale et modélisée

Conditions opératoires : V_v : 175 tr/mn;

Conditions opératoires: V_v : 175 tr/mn;

Q_l : 36.5 l/h; NaOH : 5%; Q_s : 4.2 kg/h; T : 55°C. Q_l : 36.5 l/h;

NaOH : 5%; Q_s : 4.2 kg/h; T : 55°C.

TABLEAU 2 : Valeurs de paramètres des DTS du liquide et du solide, et du rendement d'extraction en fonction de la vitesse de rotation des vis et du débit de liquide

Essais	DTS liquide		DTS solide		Rendement En hémicelluloses (% MS introduite)
	τ (s)	Pe	τ (s)	Pe	
D ₁	41	40	290	4	8.6
D ₂	28	42	248	3.7	5.2
D ₃	88	33	390	5.3	11.7
D ₄	30.5	37.2	303	3	11
D ₅	76	43.5	340	4.7	9.5
D ₆	47.2	38	300	4	8
D ₇	42	36.6	415	2.7	15.2

Il apparaît (tableau 2) que :

- Le τ du liquide est faible devant celui du solide. Ceci peut s'expliquer par la présence du contre-filet en aval du filtre. La formation du bouchon de matière solide au niveau de ce contre filet augmente énormément le τ du solide.

- Le Pe de la phase solide est plus faible que celui de la phase liquide. Les phénomènes de dispersion axiale sont plus importants dans la phase solide. Ceci peut s'expliquer par les mêmes raisons évoquées que pour le τ .

FIGURE 6 : Surfaces de réponse de τ (—) et du Pe (-----) de la phase liquide en fonction de la vitesse de rotation des vis (V_v) et du débit liquide (Q_l)

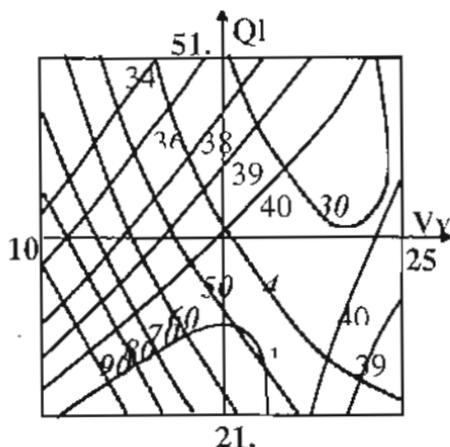


FIGURE 7 : Evolution de τ en fonction de $1/V_v$ dans le cas du DTS liquide/
Conditions opératoires : Q_l : 36.5l/h ; NaOH : 5% ; Q_s : 4.2 Kg/h ; 55°C

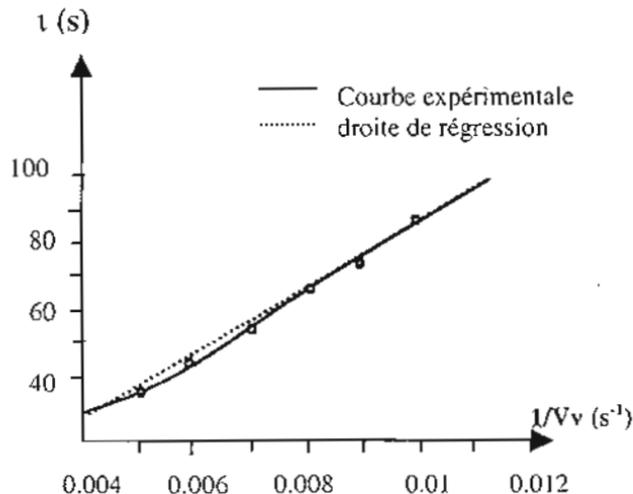


FIGURE 8 : Surfaces de réponse de τ (-----) et du Pe (————) de la phase solide en fonction de la vitesse de rotation des vis (V_v) et du débit de liquide (Q_l).

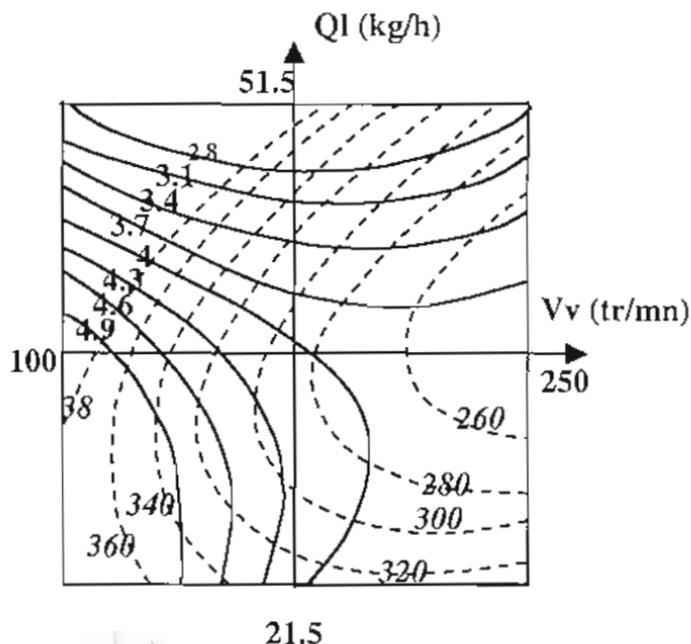
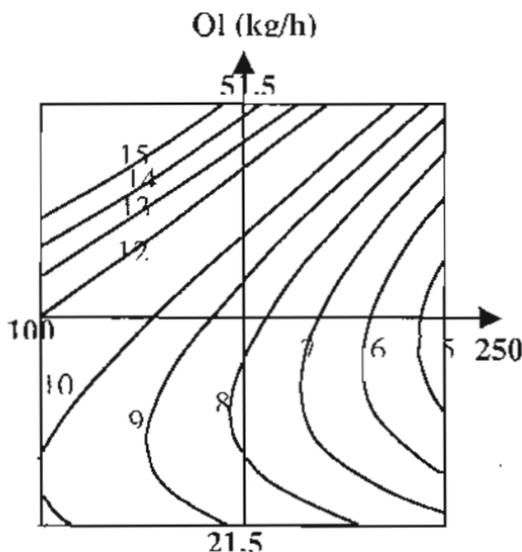


FIGURE 9 : Surfaces de réponse du rendement d'extraction des hémicelluloses en fonction de la vitesse de rotation des vis (V_v) et du débit de liquide (Q)



INFLUENCE DE LA VITESSE DE ROTATION DES VIS ET DU DÉBIT DE LIQUIDE SUR LES DTS DE LA PHASE LIQUIDE

L'analyse des courbes d'isoréponse de τ et Pe en fonction de la vitesse de rotation des vis et du débit de liquide (figure 6) fait apparaître les points suivants:

-Le temps de séjour moyen diminue lorsque la vitesse des vis ou le débit de liquide augmente. A débit de liquide fixé (36.5 kg/h), la représentation graphique de τ en fonction de $1/V_v$ (figure 7) montre que τ est une fonction linéaire de $1/V_v$. Bounié [15] et Boissonnat [16] dans le cas d'un extrudeur bi-vis, ainsi que Van Zuilichem [17], dans celui d'un extrudeur mono-vis, ont trouvés la même relation.

-Le nombre de Peclet (Pe) augmente avec la vitesse de rotation des vis. Bounié (1986) observe le phénomène inverse en extrusion de farine de blé. Ce résultat pourrait être lié au caractère hétérogène solide/liquide du mélange étudié dans notre cas. Par contre le nombre de Peclet (Pe) diminue, lorsque le débit de liquide augmente. Ainsi la dispersion axiale augmente avec le débit de liquide.

INFLUENCE DE LA VITESSE DE ROTATION DES VIS ET DU DEBIT DE LIQUIDE SUR LES DTS DE LA PHASE SOLIDE

L'analyse des courbes d'isoréponse (figure 8) montre :

- τ diminue lorsque la vitesse de rotation des vis augmente. Par contre, la variation du τ de la phase solide en fonction du débit de liquide présente un léger minimum. Au delà de 45 kg/h, une élévation du débit de liquide se traduit par un temps de séjour plus élevé. En effet le τ de la phase solide dépend fortement du passage au niveau du contre filet. A fort rapport liquide/solide, la séparation des deux phases est plus efficace, le solide au niveau du contre filet est plus sec, son temps de passage est plus élevé. Par contre à faible rapport liquide/solide le solide au niveau du contre filet est plus humide, il passe plus facilement.

- Concernant le nombre de Peclet, on observe deux zones:

- à fort débit de liquide, le nombre de Peclet (Pe) est presque indépendant de la vitesse de rotation des vis, alors qu'il diminue nettement avec le débit de liquide.

- A faible débit de liquide, Pe diminue lorsque la vitesse de vis augmente. Dans ces conditions, le mélange axial augmente avec la vitesse de vis, comme cela a été observé dans le cas de la farine de blé^[15].

Il apparaît donc que pour améliorer les rendements d'extraction en hémicelluloses, il sera possible d'augmenter les temps de séjour du liquide et d'améliorer l'efficacité des échanges par une dispersion

axiale plus faible grâce à une diminution de la vitesse de rotation des vis. La diminution du débit de liquide entraîne une hausse du τ liquide, par contre la dispersion axiale augmente aussi.

Le temps de séjour moyen de la phase solide augmente fortement quand on diminue la vitesse de rotation des vis. Ce qui confirme le rôle important de ce facteur si on veut augmenter le temps de contact entre les phases. Cependant, une diminution excessive de la vitesse de rotation des vis peut entraîner un retour de la matière au niveau de l'alimentation.

L'analyse de la surface de réponse, rendement d'extraction des hémicelluloses (R_h : en g/100g MS initiale) en fonction de la vitesse de rotation des vis et du débit de liquide (figure 9) met en évidence l'influence prépondérante de la vitesse des vis. En effet le rendement d'extraction des hémicelluloses augmente nettement avec la diminution de la vitesse de rotation des vis. Cependant aux faibles vitesses de vis, l'augmentation du débit de liquide à débit de solide constant favorise le rendement. Ceci pourrait traduire l'effet prépondérant de l'augmentation du ratio liquide solide sur la diminution du temps de séjour dans ces conditions.

FIGURE 10: Surfaces de réponse de τ (———) et du Pe (-----) de la phase liquide en fonction des longueurs de disques bilobes (MAL2) et monolobes (MAL0).

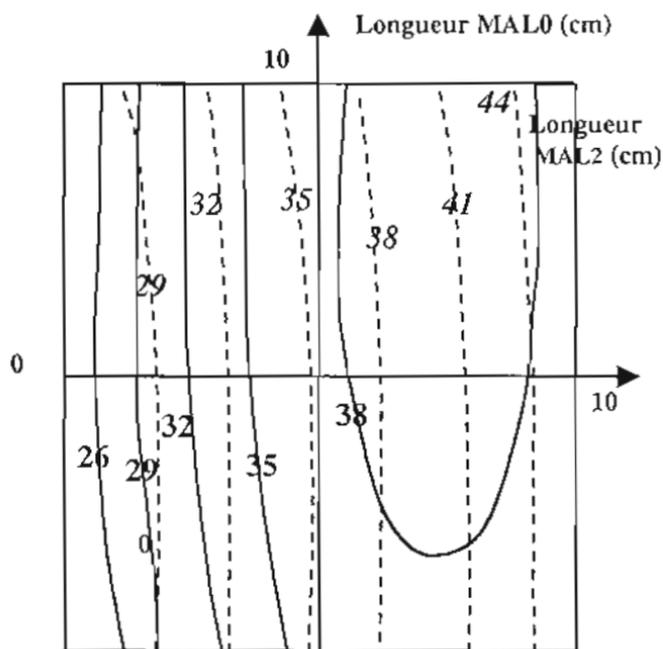


FIGURE 11 : Surfaces de réponse du τ de la phase liquide en fonction des longueurs de disques bilobes (MAL2) et de contre-filet (C2FC).

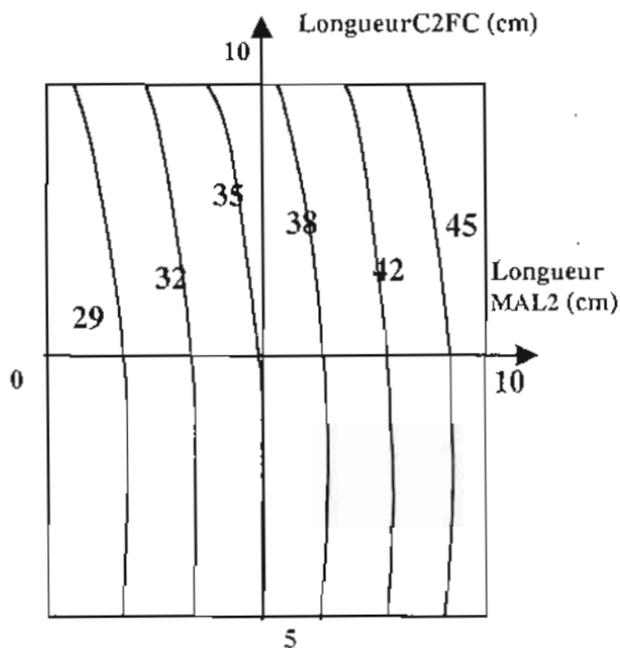


TABLEAU 3 : conditions opératoires pour l'étude de l'influence du profil de vis sur les DTS du liquide et le rendement d'extraction des hémicelluloses

Essais	Disques bilobes (MAL2)		Disques malaxeurs (MAL0)		Contre-filet (C2FC)		Profil
	X_1	U_1 (cm)	X_2	U_2 (cm)	X_3	U_3	
1	-1	0	-1	0	-1	5	1 C2FC
2	1	10	-1	0	-1	5	2 MAL2 1 C2FC
3	-1	0	1	10	-1	5	2 MAL0 1 C2FC
4	1	10	1	10	-1	5	2 MAL2 2 MAL0 1 C2FC
5	-1	0	-1	0	1	10	2 C2FC
6	1	10	-1	0	1	10	2 MAL2 2 C2FC
7	-1	0	1	10	1	10	2 MAL0 2 C2FC
8	1	10	1	10	1	10	2 MAL2 2 MAL0 2 C2FC

U_i : longueur de l'élément de vis en centimètre

Température : 55°C ; teneur en soude : 5% ; débit de liquide : 35kg/h ;
vitesse des vis : 175 tr/mn ; débit de solide : 4.8 kg/h

**INFLUENCE DU PROFIL DE VIS SUR LES DTS DE LA PHASE LIQUIDE
ET LE RENDEMENT D'EXTRACTION**

L'étude est menée en substituant les vis de convoyage par des disques malaxeurs, disques bilobes et des contre-filets (figure 1).

La réalisation d'un plan d'expériences factoriel complet à deux niveaux 2^3 (tableau 3) a permis de tracer les courbes de DTS pour différentes combinaisons de vis.

Le calcul des coefficients des modèles polynomiaux de τ , Pe et Rh conduit aux équations suivantes :

$$\tau = 35.3 + 9.5X_1 + 0.34X_2 + 0.84X_3 + 0.4X_1X_2 + 0.4X_1X_3 + 0.8X_2X_3$$

$$Pe = 37.5 + 6.3X_1 + 0.7X_2 + 0.3X_3 - 0.6X_1X_2 - 0.8X_1X_3 - 0.4X_2X_3$$

$$Rh = 5.51 + 1.12X_1 + 0.29X_2 - 0.34X_3 + 0.26X_1X_2 - 0.12X_1X_3 - 0.12X_2X_3$$

La représentation graphique de τ et de Pe en fonction de la longueur des différents tronçons d'éléments restrictifs (figures 10 et 11) fait apparaître le rôle primordial des disques bilobes. Le temps τ et le nombre de Peclet (Pe) augmente quand on passe de l'absence de bilobes à une longueur de 10 cm. Comme on pouvait s'y attendre, ces derniers agissent de façon prépondérante sur la dispersion essentiellement radiale ; en effet ils sont conçus comme leur nom l'indique pour malaxer le mélange, et assurent une bonne homogénéisation de celui-ci. Ce que sont incapables de faire les disques malaxeurs monolobes (MALO) comme en témoigne leur absence d'influence sur τ et Pe. Par contre, le faible effet du contre-filet s'explique par son emplacement en aval de la sortie de la phase liquide.

L'analyse des coefficients du modèle représentant le rendement en fonction des variables codées montre que l'action primordiale des disques bilobes se répercute au niveau du rendement. En effet c'est la présence primordiale de disques bilobes qui a une influence favorable

sur le rendement (+2.2 pour X_1 variant de -1 à +1). Les bilobes en augmentant le temps de contact entre les phases (temps de séjour plus élevé) et en favorisant le mélange (nombre de Peclet plus élevé), entraînent une amélioration du rendement d'extraction des hémicelluloses.

CONCLUSION

Cette première approche de la modélisation du comportement de l'écoulement des phases dans le réacteur bi-vis permet de tirer des orientations pour agir sur les temps de contact et l'efficacité de mélange des phases liquide et solide, donc sur le rendement d'extraction des hémicelluloses.

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'extrait (liquide). Le raffinat (solide) peut être valorisé pour la fabrication de pâte à papier, de panneaux de particules, etc. Les éléments de vis (MALO et C2FC) qui n'ont que peu d'effet sur le rendement d'extraction des hémicelluloses pourraient alors jouer un rôle non négligeable sur la qualité du raffinat selon la valorisation souhaitée.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] - DANCKWERTS P.V., " Continuous flow systems; distribution of residence times", *Chem. Eng. Sci.*, 2, No. 1, 1-13 (1953)
- [2] - LAMELOISE M.L., " Mise au point d'un appareil de mesure de la distribution des temps de séjour dans des réacteur de génie agro-alimentaire", *Thèse de doctorat* ; Ecole Nationale Supérieure des Mines de paris , France (1982).
- [3] - JANSSEN L.P.B.M., HOLLANDER R.W., SPOOR M.W., and SMITH J.M., "Residence time distributions in a plasticating twin screw extrudeur", *AIChE J.*, 25, 2, 345-351 (1979)
- [4] - KAO S.U., ALLISON G.R., "Residence time distribution in a twin-screw extruder", *Polym. Eng. Sci.*, 24, 9, 645-651 (1984).
- [5] - COLONNA P., MELCION J-P., VERGNES B., MERCIER C., " Flow mixing and residence time distribution of maize starch within a twin-screw extruder with a longitudinally-split barrel", *Journal Cereal Science*, 1, 115-125, (1983).
- [6] - BARRES C., " Transformation de produits céréaliers par cuisson extrusion. Approche expérimentale et modélisation", *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France (1990)
- [7] - N'DIAYE S., RIGAL L., GASET A., LAROCQUE P., VIDAL P.F., " Extraction of hemicelluloses from poplar *populus tremuloides*, using an extruder type twin-screw reactor : A feasibility study", *Bioresource Technology* 57, 61-67 (1996)
- [8] - N'DIAYE S., RIGAL L., "Factors influencing the alkaline extraction of poplar hemicelluloses in a twin-screw reactor: corrélation with specific mechanical energy and residence time distribution of the liquide phase", *Bioresource Technology* 75, 13-18 (2000).

- [9] - VAN SOEST, and WINE R.H., " Use of Detergents in the Analysis of Fibrous Feeds. Iv Determination of plant Cell-Wall Constituents", *Journal of the A.O.A.C.* Vol. 50, No.1, 50-55, (1967).
- [10] - BAZUS A., " Raffinage des agroressources ; extraction et caractérisations des glucuronoxylanes des coques de tournesol ". *Thèse de doctorat*, INP de Toulouse, (1991).
- [11] - JOSELEAU J.P. Les polymères végétaux, Collection COSTES C., 87-127. (1980).
- [12] - GOUPY J., Methods for Experimental Design, *Elsevier*, Amsterdam (1993).
- [13] - MATHIEU D., PHAN-THAN-LUU R., New efficient methodology for research using optimal design (NEMROD software). LPRAI, center St Jerome, University of Aix-Marseille, France (1995).
- [14] - DOEHLERT D.H., Uniform shell designs, *Appl. Statist.*, 19, 231-239, (1970)
- [15] - BOUNIE D., "Etude de l'écoulement et du mélange axial dans un extrudeur bi-vis co-rotatif", *Thèse de doctorat*, Université des Sciences et Techniques du Languedoc de Montpellier, France (1986).
- [16] - BOISSONNAT P., "Etude paramétrique et modélisation des écoulements de la matière par analyse de la distribution des temps de séjour dans trois cuiseurs extrudeurs bi-vis", *Thèse de doctorat*, Université de Technologie de Compiègne, France (1990).
- [17] - VAN ZUILICHEM D.J., DE SWART J.G., BUISMAN G., " Residence time distribution in an extruder", *Lebensm.-wiss. U. Technol.* Vol. 6. No.5, 184-188. (1973).