

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11443

Première édition
1995-02-01

**Plastiques — Détermination de la fluidité
au moyen de rhéomètres équipés d'une
filière capillaire ou plate**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Plastics — Determination of the fluidity of plastics using capillary and
slit-die rheometers*
(standards.iteh.ai)

ISO 11443:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e41e59d3-2acf-4870-9035-5a3ad65b7d68/iso-11443-1995>



Numéro de référence
ISO 11443:1995(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11443 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Les annexes A à D de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination de la fluidité au moyen de rhéomètres équipés d'une filière capillaire ou plate

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination de la fluidité des plastiques fondus, soumis à des taux de cisaillement, à des tensions de cisaillement et à des températures voisines de celles rencontrées lors de leur mise en œuvre. Il est nécessaire de respecter ces méthodes lorsque l'on soumet à l'essai les plastiques fondus car la fluidité de ces plastiques ne dépend, en règle générale, pas uniquement de la température, mais également d'autres facteurs, et en particulier du taux de cisaillement et de la tension de cisaillement.

Les effets de l'allongement à l'entrée de la filière entraînent un gonflement de la matière extrudée à la sortie de la filière. Des méthodes permettant d'évaluer le gonflement de la matière extrudée ont été également incluses.

Les techniques rhéologiques décrites ci-après ne se limitent pas exclusivement à la caractérisation des thermoplastiques qui, fondus, adhèrent aux parois par contact. Par exemple les thermoplastiques présentant un effet de glissement ^{[1], [2]} et les thermodurcissables peuvent être inclus. Cependant, les méthodes employées pour évaluer le taux de cisaillement et la viscosité en cisaillement ne sont pas valables pour des matériaux n'adhérant pas aux parois. Toutefois, la présente norme peut être utilisée pour caractériser le comportement rhéologique de tels fluides pour une géométrie donnée.

Les taux de cisaillement pratiqués avec les rhéomètres d'extrusion s'échelonnent entre 1 s^{-1} et 10^4 s^{-1} . Les méthodes décrites dans la présente Norme internationale s'avèrent utiles pour déterminer les valeurs de viscosité en fondu dans une plage de $10 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ à $10^7 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, selon l'échelle de mesure du capteur de pression et/ou de force et les caractéristiques mécaniques et physiques du rhéomètre employé.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 468:1982, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO 6507-1:1982, *Matériaux métalliques — Essai de dureté — Essai Vickers — Partie 1: HV 5 à HV 100.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 fluide newtonien: Fluide dont la viscosité est indépendante du gradient de vitesse et du temps.

3.2 fluide non newtonien: Fluide dont la viscosité varie avec le gradient de vitesse et/ou du temps. Pour les besoins de la présente Norme internationale, cette définition ne se rapporte qu'aux fluides dont la viscosité varie uniquement avec le gradient.

3.3 contrainte de cisaillement apparente, τ_{ap} : Contrainte de cisaillement fictive à laquelle est soumise la matière fondue au contact de la paroi.

Elle est égale à la pression d'essai multipliée par le rapport de l'aire de la section de passage à la surface de la paroi de la filière.

Elle est exprimée en pascals (Pa).

3.4 gradient de vitesse apparent, $\dot{\gamma}_{ap}$: Taux de cisaillement fictif que subirait la matière fondue, supposée newtonienne, le long de la paroi, pour le débit d'écoulement volumique imposé.

Il est exprimé en secondes à la puissance moins un (s^{-1}).

3.5 contrainte de cisaillement réelle, τ : Contrainte de cisaillement réelle à laquelle est soumise la matière fondue au contact de la paroi de la filière.

Elle est évaluée à partir de la pression d'essai p , en appliquant les corrections de pertes de charge à l'entrée et à la sortie, ou bien elle est directement déterminée à partir du gradient de pression de la matière fondue dans le conduit.

Elle est exprimée en pascals (Pa).

3.6 taux de cisaillement réel, $\dot{\gamma}$: Taux de cisaillement obtenu à partir du gradient de vitesse apparent, $\dot{\gamma}_{ap}$, corrigé par des algorithmes appropriés (voir note 20) pour tenir compte des écarts par rapport à un comportement newtonien.

Il est exprimé en secondes à la puissance moins un (s^{-1}).

NOTE 1 Pour les besoins de la notation, l'absence d'indice est utilisée pour désigner les valeurs réelles.

3.7 viscosité, η : Viscosité en cisaillement stationnaire, égale par définition au rapport $\tau/\dot{\gamma}$ de la contrainte de cisaillement réelle τ au taux de cisaillement réel $\dot{\gamma}$.

Elle s'exprime en pascals secondes (Pa·s).

3.8 viscosité apparente, η_{ap} : Rapport $\tau_{ap}/\dot{\gamma}_{ap}$ de la contrainte de cisaillement apparente τ_{ap} au gradient de vitesse apparent $\dot{\gamma}_{ap}$.

Elle s'exprime en pascal secondes (Pa·s).

3.9 débit volumique, Q : Volume de matière fondue passant en 1 s par la filière.

Il s'exprime en millimètres cubes par seconde (mm^3/s).

3.10 taux de gonflement à la température ambiante, S_a : Rapport du diamètre de l'extrudat au diamètre du capillaire, mesurés tous deux à la température ambiante.

3.11 taux de gonflement à la température d'essai, S_T : Rapport du diamètre de l'extrudat au diamètre du capillaire, mesurés tous deux à la température d'essai.

3.12 pourcentage de gonflement à la température ambiante, s_a : Différence entre le diamètre du jonc extrudé et le diamètre du capillaire, exprimé en pourcentage du diamètre du capillaire, les deux diamètres étant mesurés à la température ambiante.

3.13 pourcentage de gonflement à la température d'essai, s_T : Différence entre le diamètre du jonc extrudé et le diamètre du capillaire, exprimée en pourcentage du diamètre du capillaire, tous deux mesurés à la température d'essai.

NOTE 2 Des mesurages analogues du gonflement de l'extrudat peuvent être effectués en rapportant l'épaisseur de l'extrudat d'une filière plate à l'épaisseur de la filière plate.

3.14 temps de préchauffage: Intervalle de temps entre la fin du remplissage du cylindre et le début du mesurage.

3.15 temps de séjour: Intervalle de temps entre la fin du remplissage du cylindre et la fin du mesurage.

NOTE 3 Dans certains cas, il peut s'avérer nécessaire de noter le temps de séjour à la fin de chaque mesurage lorsqu'on effectue plus d'un mesurage par chargement de matière dans le cylindre.

3.16 temps d'extrusion: Temps correspondant à la période de mesurage pour un gradient de vitesse donné.

3.17 contrainte de cisaillement critique: Valeur des contraintes de cisaillement au niveau de la paroi du capillaire, pour laquelle a lieu l'un ou l'autre des phénomènes suivants:

- une discontinuité dans la courbe représentant la contrainte de cisaillement en fonction du débit ou du gradient de vitesse;
- une rugosité (ou ondulation) de l'extrudat à la sortie de la filière.

Elle s'exprime en pascals (Pa).

3.18 taux de cisaillement critique: Taux de cisaillement correspondant à la contrainte de cisaillement critique.

Il s'exprime en secondes à la puissance moins un (s^{-1}).

4 Principes généraux

La matière plastique fondue est expulsée au travers d'une filière capillaire ou d'une filière plate de dimensions connues. Deux méthodes principales peuvent être utilisées: soit on mesure le débit d'écoulement volumique, Q , dans le cas d'un essai à pression p constante et fixée (méthode 1), soit on mesure la pression d'essai, p , dans le cas d'un essai à débit volumique, Q , constant et fixé (méthode 2). Ces deux méthodes peuvent être employées avec une filière capillaire (méthode A) ou avec une filière plate (méthode B). Se reporter au tableau 1 pour la désignation complète de la méthode d'essai choisie.

Tableau 1 — Désignation des méthodes d'essai

Section de la filière	Paramètre d'essai choisi	
	Pression d'essai, p	Débit d'écoulement volumique, Q
Circulaire (filière capillaire)	A1	A2
Rectangulaire (filière plate)	B1	B2

Il est possible d'effectuer une série de mesurages correspondant à une certaine plage du paramètre choisi (pression d'essai appliquée dans le cas de la méthode 1 ou débit d'écoulement volumique dans celui de la méthode 2).

Dans le cas d'une filière plate équipée de capteurs de pression placés le long du conduit, on peut déterminer les pertes de charges d'entrée et de sortie. Dans le cas de filières capillaires de même rayon mais de longueur variable, c'est la somme des pertes de charge d'entrée et de sortie qui peut être déterminée.

Une filière plate équipée de capteurs de pression le long du conduit est particulièrement adaptée aux mesurages automatiques informatisés en ligne.

NOTE 4 Soit le rapport de forme H/B entre l'épaisseur H et la largeur B de la filière plate est petit, soit il est nécessaire d'apporter une correction à H/B (voir annexe A). Dans ce dernier cas, les valeurs calculées dépendent des hypothèses utilisées lors de la déduction des équations de correction à utiliser, et les effets élastiques, notamment, sont corrigés.

5 Appareillage

5.1 Dispositif d'essai

5.1.1 Généralités

Le dispositif d'essai doit être composé d'un cylindre pouvant être chauffé dont le fond est obturé par une filière interchangeable capillaire ou plate. La pression

d'essai doit être exercée sur la matière fondue contenue dans le cylindre, au moyen d'un piston, ou d'une vis ou d'un gaz comprimé. Les figures 1 et 2 donnent des exemples concrets, l'adoption d'autres dimensions étant permise.

5.1.2 Cylindre du rhéomètre

Il doit être constitué d'un matériau résistant à l'usure et à la corrosion, à la température maximale du système de chauffage.

Le cylindre peut comporter un orifice latéral pour y insérer un capteur de pression au voisinage de l'entrée de la filière.

Les écarts admissibles pour le diamètre d'alésage moyen du cylindre sur toute sa longueur doivent être inférieurs à $\pm 0,007$ mm.

La surface intérieure du cylindre doit avoir une dureté Vickers d'au moins 800 HV 30 (voir ISO 6507-1) et une rugosité superficielle inférieure à $R_a = 0,25 \mu\text{m}$ (écart arithmétique moyen, voir ISO 468).

NOTES

5 L'acier nitruré convient pour les températures allant jusqu'à 400 °C. L'emploi des matériaux ayant une dureté inférieure aux valeurs prescrites mais présentant une résistance suffisante à la corrosion et à l'abrasion, est considéré comme acceptable pour la fabrication du cylindre et de la filière.

6 Une augmentation du diamètre d'alésage du cylindre accroît le nombre des mesurages réalisables avec un seul chargement du cylindre et augmente la plage des gradients de vitesse de l'instrument. L'utilisation d'un cylindre de plus grand diamètre est désavantageuse car elle nécessite l'emploi de masses d'échantillons plus élevées et parce qu'elle accroît le temps nécessaire pour que l'éprouvette atteigne la température d'équilibre. Les diamètres d'alésage du cylindre des rhéomètres disponibles dans le commerce sont compris entre 6,35 mm et 25 mm.

5.1.3 Filières capillaires (méthode A)

5.1.3.1 La longueur complète du tube capillaire doit être usiné avec une précision de 0,007 mm pour le diamètre (D) et de $\pm 0,025$ mm pour la longueur (L) (voir figure 1).

L'état de surface intérieur du capillaire doit être lisse et correspondre à une rugosité maximale R_a égale à $0,25 \mu\text{m}$ (écart arithmétique moyen, voir l'ISO 468).

L'ouverture du capillaire ne doit présenter aucune marque d'usinage ou excentricité perceptible.

La filière doit avoir une dureté Vickers d'au moins 800 HV 30 (voir ISO 6507-1). (Voir note 5.)

NOTES

7 La gamme des diamètres des filières capillaires habituellement utilisés se situe entre 0,5 mm et 2 mm avec différentes longueurs pour obtenir les rapports L/D voulus. Lorsque les essais portent sur des matières chargées, des diamètres supérieurs peuvent être requis.

Dimensions en millimètres

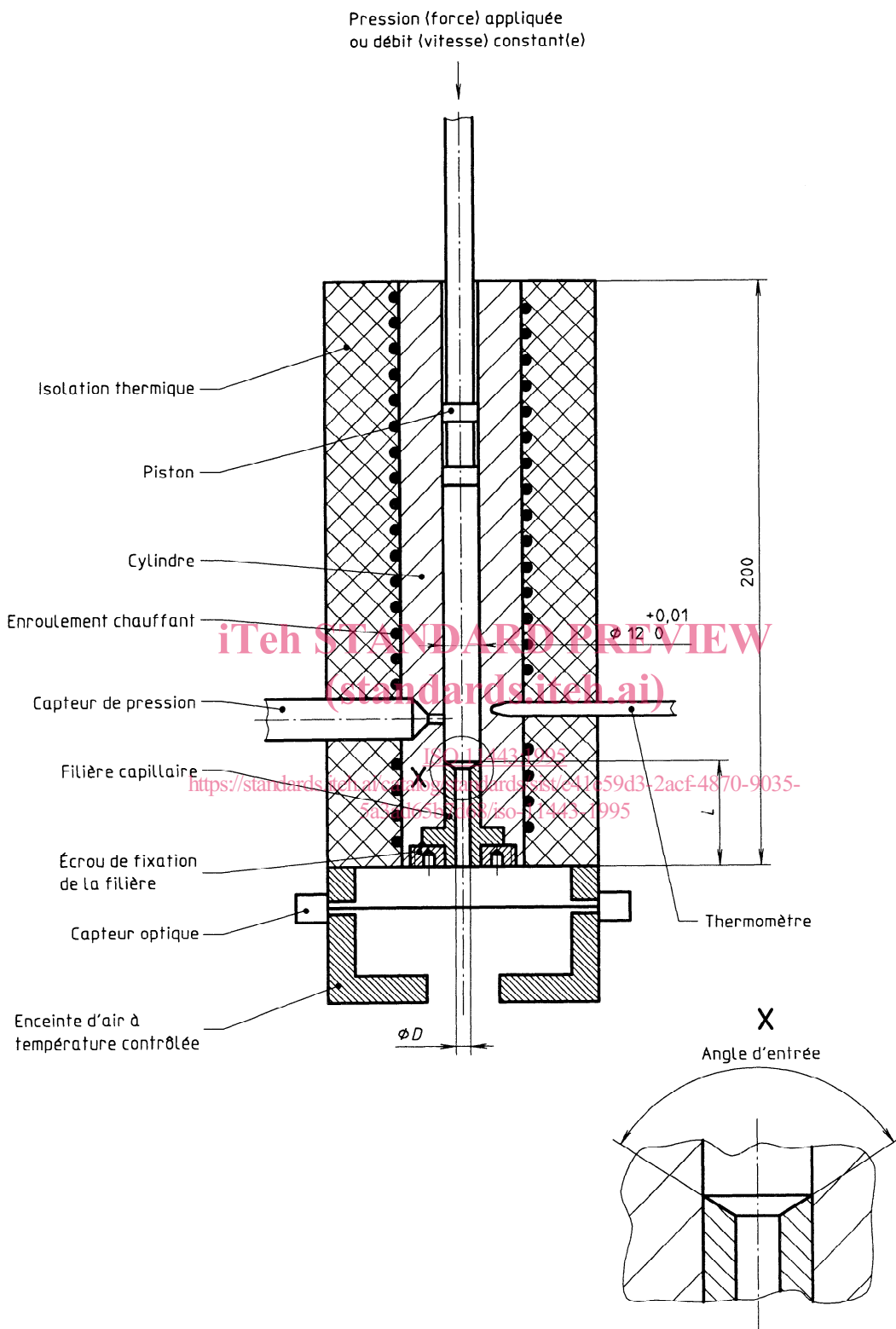
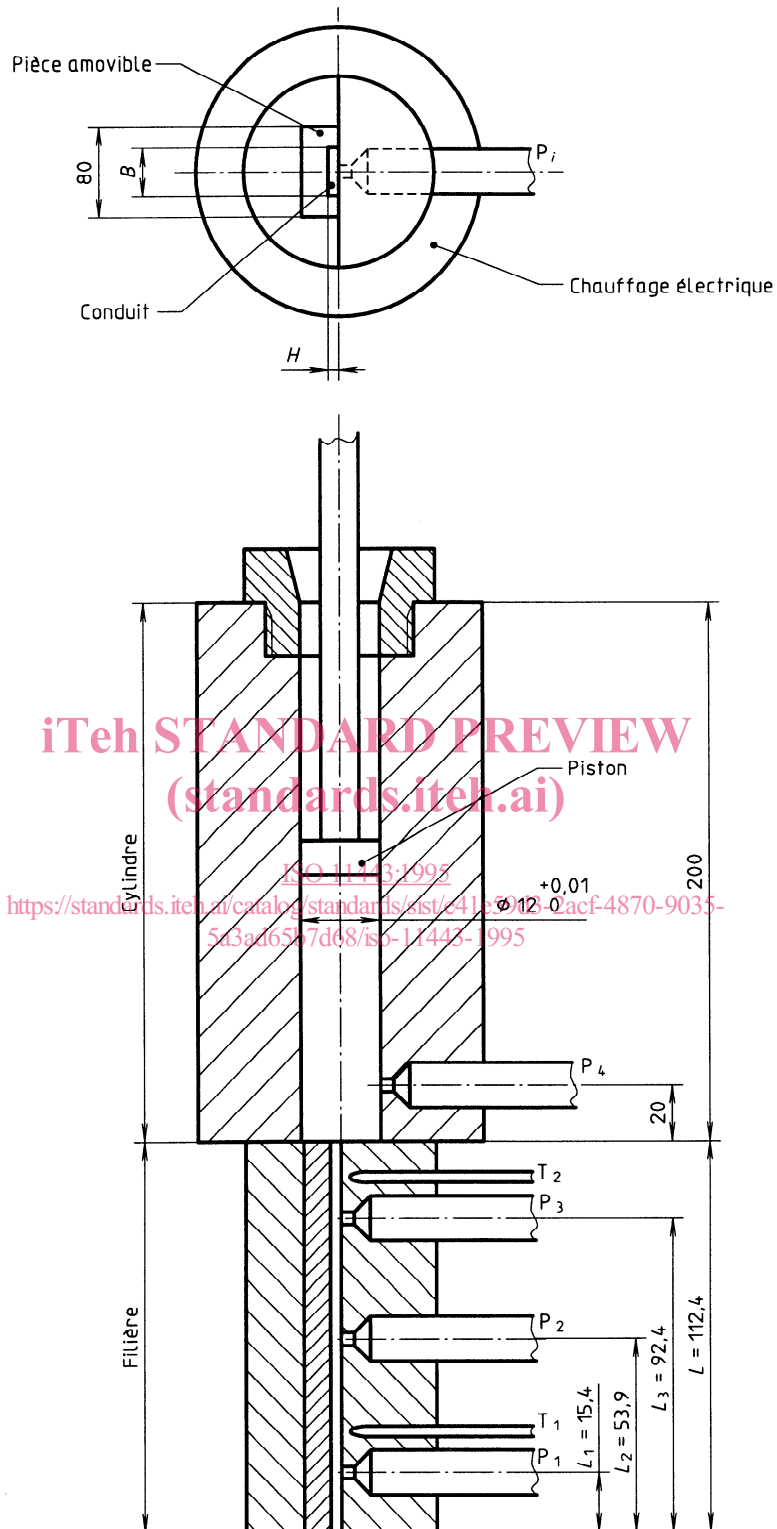


Figure 1 — Exemple type de rhéomètre d'extrusion à filière capillaire

Dimensions en millimètres



Légende

P_i = Capteurs de pression

T_i = Thermomètres

Figure 2 — Exemple type de rhéomètre d'extrusion à filière plate

8 Les matériaux constitutifs des filières les plus courants sont l'acier durci, le carbure de tungstène, la stellite et l'acier inoxydable durci.

9 La précision avec laquelle les dimensions des capillaires peuvent être mesurées dépend à la fois de la longueur et du rayon du capillaire. Lorsque les capillaires ont un diamètre inférieur à 1,25 mm, la précision imposée ($\pm 0,007$ mm) est difficile à obtenir. Compte tenu de l'extrême sensibilité des débits vis-à-vis des dimensions des capillaires, il importe que les dimensions du capillaire et la précision de mesure de ces dimensions soient connues et consignées. Ceci s'applique aussi aux dimensions des filières plates (épaisseur, largeur, longueur) (voir 5.1.4).

5.1.3.2 Pour déterminer le gradient de vitesse apparent $\dot{\gamma}_{ap}$ et la tension de cisaillement τ_{ap} avec un seul capillaire, sauf spécification contraire indiquée dans la norme de référence, le rapport L/D de la longueur L au diamètre D de la filière capillaire doit être égal ou supérieur à 20, et l'angle d'entrée doit être de 180° . On ne doit comparer que des valeurs obtenues avec des capillaires de même angle d'entrée ($\pm 1^\circ$), de même longueur ($\pm 0,025$ mm) et de même diamètre ($\pm 0,007$ mm). L'angle d'entrée est donné à la figure 1.

NOTE 10 Pour une valeur donnée du gradient de vitesse apparent, l'effet thermique dû au cisaillement en fondu est réduit par l'emploi de filières capillaires de plus petit diamètre.

5.1.3.3 Pour déterminer le taux de cisaillement réel $\dot{\gamma}$ et la tension de cisaillement réelle τ , des filières capillaires de même diamètre ($\pm 0,007$ mm), ayant un même angle d'entrée ($\pm 1^\circ$), caractérisées par au moins trois rapports L/D différents choisis dans la gamme recommandée $L/D = 5, 10, 20, 30, 40$ (voir également 8.4.2), sont nécessaires, sauf dans les conditions ci-après:

L'emploi de deux filières seulement, ayant un même diamètre ($\pm 0,007$ mm) et un angle d'entrée identique ($\pm 1^\circ$), dont les rapports L/D sont ≤ 5 et ≥ 20 , est permis si les conditions d'essai sont telles que la non linéarité du diagramme de Bagley qui en résulte n'est pas significative, ces conditions ayant été établies préalablement et séparément conformément au 8.4 pour chaque classe d'échantillon.

5.1.4 Filières plates (méthode B)

5.1.4.1 La filière doit être usinée sur toute sa longueur avec une précision de $\pm 0,007$ mm pour son épaisseur, de $\pm 0,01$ mm pour sa largeur et de $\pm 0,025$ mm pour sa longueur. Le cas échéant, la distance qui sépare les centres des capteurs de pression et le plan de sortie doit être déterminée à $\pm 0,05$ mm près. (Voir note 9.)

L'état de surface intérieur de la filière plate doit être lisse et avoir une rugosité maximale $R_a = 0,25$ μm (voir ISO 468).

La filière doit avoir une dureté Vickers d'au moins 800 HV 30 (voir ISO 6507-1). (Voir notes 5 et 8.)

NOTE 11 En ce qui concerne les matériaux constitutifs des filières plates, voir note 8.

5.1.4.2 Pour déterminer le gradient de vitesse apparent $\dot{\gamma}_{ap}$ et la tension de cisaillement apparente τ_{ap} , sauf spécification contraire indiquée dans la norme de référence, il faut que le rapport H/B de l'épaisseur H à la largeur B de la filière plate soit égal à 0,1 au plus et que l'angle d'entrée soit égal à 180° . Ne comparer que des valeurs obtenues avec des filières plates ayant le même angle d'entrée ($\pm 1^\circ$), la même épaisseur ($\pm 0,007$ mm), la même largeur ($\pm 0,01$ mm) et la même longueur ($\pm 0,025$ mm).

5.1.4.3 Pour déterminer les valeurs réelles du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et de la tension de cisaillement τ , il est possible d'utiliser des filières plates conformes aux spécifications indiquées en 5.1.4.1 et 5.1.4.2, selon la même méthode que pour les filières capillaires, c'est-à-dire en appliquant la méthode de correction de Bagley modifiée en conséquence (voir 8.4). À titre de solution de rechange, les valeurs de la tension de cisaillement réelle peuvent être déterminées sur une filière plate après avoir mis en place des capteurs de pression tout le long du conduit.

5.1.5 Piston

Si l'appareil est équipé d'un piston, le diamètre de celui-ci doit être inférieur au diamètre d'alésage du cylindre d'une valeur de $0,04$ mm $\pm 0,005$ mm. Il peut être muni de joints d'étanchéité complets ou segmentés afin de réduire le reflux de matière sur la jupe du piston. La dureté du piston doit être inférieure à celle du cylindre, sans toutefois être inférieure à 375 HV 30 (voir ISO 6507-1).

5.2 Contrôle des températures

Pour toutes les températures à réguler prévues, le dispositif de contrôle de la température du cylindre doit être conçu pour que, dans la gamme prévue des filières capillaires ou des filières plates, selon les cas, et à l'intérieur des limites admissibles fixées pour le niveau de remplissage du cylindre, les écarts de température mesurés au niveau de la paroi ne dépassent pas ceux indiqués dans le tableau 2 pendant toute la durée de l'essai.

Tableau 2 — Écart de température maximaux autorisés localement et dans le temps

Valeurs en degrés Celsius

Température d'essai θ	Écart de température	
	localement	dans le temps
≤ 200	$\pm 1,0$	$\pm 0,5$
$200 < \theta \leq 300$	$\pm 1,5$	$\pm 1,0$
> 300	$\pm 2,0$	$\pm 1,5$

Le dispositif d'essai doit être conçu de manière à pouvoir régler la température d'essai par paliers de 1 °C ou moins.

5.3 Mesurage de la température et étalonnage

5.3.1 Température d'essai

5.3.1.1 Méthode A: filières capillaires

En cas d'utilisation des filières capillaires, la température d'essai doit être, soit celle de la matière fondue dans le cylindre près de l'entrée du capillaire, soit, à défaut, celle de la paroi du cylindre au voisinage de l'entrée du capillaire. (Voir également 5.3.2.)

5.3.1.2 Méthode B: filières plates

En cas d'utilisation de filières plates, la température de paroi de la filière doit être mesurée et être considérée comme étant la température d'essai. Cette température doit être égale à la température d'essai mesurée dans le cylindre, à l'intérieur des limites de tolérance locales indiquées dans le tableau 2. (Voir également 5.3.1 et 5.3.2.)

5.3.2 Mesurage de la température d'essai

L'extrémité du capteur de température doit être, soit en contact avec la matière fondue, soit, si cela n'est pas possible, en contact avec le métal de la paroi de la filière, à moins de 1,5 mm de la paroi du conduit contenant la matière fondue. On peut employer des fluides thermoconducteurs dans le puits thermométrique pour améliorer la conduction. Les thermomètres, de préférence thermocouples ou capteurs à résistance en platine, peuvent être disposés comme indiqué aux figures 1 et 2.

5.3.3 Étalonnage de la température

Le dispositif de mesurage de la température utilisé pendant l'essai doit permettre d'effectuer des lectures à 0,1 °C près et être calibré avec un thermomètre étalon avec des limites d'erreur de $\pm 0,1$ °C, tout en satisfaisant à la profondeur d'immersion prescrite pour le thermomètre considéré. À cette fin, le cylindre doit être rempli jusqu'en haut d'une matière fondante de basse viscosité.

Pendant l'étalonnage, il ne faut utiliser comme caloporteur aucun liquide susceptible de contaminer la filière et le cylindre, et d'influencer les valeurs de mesure obtenues, comme l'huile de silicone.

5.4 Mesurage de la pression et étalonnage

5.4.1 Pression d'essai

La pression d'essai doit correspondre à la chute de pression subie par la matière fondue, mesurée comme étant la différence entre la pression de la matière fondue en amont de l'entrée de la filière plate ou capillaire, et la pression à la sortie de la filière, selon le cas. Si cela est possible, mesurer la pression d'essai au moyen de capteurs de pression en fondu placés à proximité de l'entrée de la filière. Sinon, la pression d'essai doit être déterminée à partir de la force exercée sur la matière fondue, par le piston par exemple (voir B.1). Si l'essai doit être réalisé en extrudant la matière vers un conduit ou un récipient dont la pression interne est supérieure à la pression atmosphérique, mesurer la pression à la sortie de la filière en utilisant, de préférence, un capteur de pression situé juste au-dessous de la sortie de la filière. Les dispositifs de mesurage de la force ou de la pression doivent être utilisés dans une plage allant de 10 % à 90 % de leur capacité nominale.

5.4.2 Perte de charge le long du conduit de la filière

Quand on utilise des filières plates, le profil de pression le long du conduit doit être mesuré au moyen de capteurs de pression en fondu encastrés, positionnés le long de la paroi de la filière.

À titre de solution de rechange, lorsque les filières plates ne sont pas équipées de tels capteurs, on peut tenir compte du total des pertes de charge à l'entrée et à la sortie en appliquant la correction de Bagley (voir 8.4.3) modifiée pour les filières plates.

5.4.3 Étalonnage

On peut utiliser un banc hydraulique externe pour l'étalonnage des capteurs de pression en fondu. Les cellules doivent être étalonnées selon les spécifications du fabricant. L'erreur maximale admissible pour la lecture des valeurs fournies par les capteurs de pression en fondu doit être inférieure ou égale à 1 % de l'étendue de mesure. Il convient de réaliser l'étalonnage des capteurs de pression, de préférence à la température d'essai.

5.5 Mesurage du débit volumique de l'échantillon

Le débit volumique doit être déterminé à partir de la vitesse d'avancement du piston ou à partir de la masse d'échantillon extrudée pendant un laps de temps déterminé.

Si la détermination s'effectue par pesée, convertir en volume en prenant la masse volumique de la matière à la température d'essai utilisée, en négligeant l'influence de la pression hydrostatique sur la masse volumique.

Le débit volumique doit être déterminé à 1 % près.

NOTE 12 L'erreur maximale admissible prescrite en cas de détermination du débit d'écoulement volumique par le débit imposé par le piston ne peut être conforme que si, entre autres, le débit de fuite entre le piston et le cylindre est suffisamment faible. L'expérience montre que cela est possible si le jeu entre le piston et le cylindre ne dépasse pas 0,045 mm.

6 Échantillonnage

Un échantillon représentatif doit être prélevé sur le produit à essayer afin d'être utilisé comme échantillon pour essai. Le nombre de déterminations à chaque remplissage du cylindre dépend de la matière à mouler devant être essayée et doit, par conséquent, faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées. La température de conditionnement préparatoire de l'échantillon pour essai doit être inférieure à celle mise en œuvre lors de l'essai qui sera effectué ensuite.

7 Mode opératoire d'essai

7.1 Nettoyage du dispositif d'essai

Avant chaque mesurage, s'assurer que le cylindre, les alésages des capteurs, le cas échéant, le piston et la filière plate ou capillaire ont été débarrassés de toute matière adhérente.

Procéder à un examen visuel pour en contrôler la propreté.

Si l'on emploie des solvants de nettoyage, il faut s'assurer qu'aucune contamination du cylindre, du piston et de la filière plate ou capillaire, susceptible d'influer sur le résultat d'essai, ne s'est produite.

NOTE 13 Pour le nettoyage, l'utilisation de brosses cylindriques en alliage cuivre/zinc (laiton) ou de chiffons en lin s'est avérée satisfaisante. Le nettoyage peut également être effectué en procédant avec précaution à une cuisson. L'utilisation de graphite pour les filets facilite le déverouillage après l'essai.

AVERTISSEMENT — Les conditions de fonctionnement choisies peuvent entraîner une décomposition partielle de la matière soumise à l'essai ou provoquer un dégagement de substances volatiles dangereuses. Par conséquent, il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale de

s'informer lui-même des risques éventuels d'accidents et de prévoir des moyens de protection appropriés.

7.2 Préparation des échantillons

Dans le cas de matières dont la fluidité dépend de facteurs tels que la teneur en monomère résiduel, en inclusion de gaz et/ou d'humidité, appliquer les modes opératoires de prétraitement ou conditionnement conformes à la norme de référence et/ou à la norme relative au matériau approprié, selon le cas.

Laisser l'appareillage une fois assemblé atteindre l'équilibre thermique à la température d'essai avant d'appliquer le couple final à la filière (le cas échéant), puis commencer le chargement (voir l'avertissement en 7.1).

NOTE 14 Le tableau 3 donne plusieurs exemples de températures d'essai pour un certain nombre de matières, à titre informatif uniquement. Les données les plus utiles sont généralement obtenues aux températures utilisées lors de la mise en œuvre de la matière. De même, il convient que les tensions de cisaillement et les gradients de vitesse appliqués soient très voisins de ceux rencontrés lors de la mise en œuvre réelle.

Tableau 3 — Exemples de températures d'essai

Matières	Température °C
Polyacétals	190 à 220
Polyacrylates	140 à 300
Acrylonitrile/butadiène/styrène (ABS)	200 à 280
Esters cellulosiques	190
Polyamides	190 à 300
Polychlorotrifluoroéthylène	265
Polyéthylène, copolymères éthyléniques et terpolymères	150 à 250
Polycarbonates	260 à 300
Polypropylènes	180 à 270
Polystyrènes et copolymères styréniques	180 à 280
Polychlorure de vinyle	170 à 210
Polytéréphtalate de butylène	245 à 270
Polytéréphtalate d'éthylène	275 à 300
PMMA et copolymère	180 à 300
Polyfluorure de vinylidène	195 à 240
Polychlorure de vinylidène	150 à 170
Copolymère vinylalcool/éthylène	190 à 230
Polyétheréthercétone	340 à 380
Polyéthersulfone	360

Afin d'éviter les inclusions d'air, introduire l'échantillon dans le cylindre par petites fractions en tassant à chaque fois à l'aide du piston. Remplir le cylindre à environ 12,5 mm sous son niveau supérieur. Procéder au remplissage en moins de 2 min.

7.3 Préchauffage

Dès la fin du remplissage du cylindre, déclencher le chronomètre destiné à mesurer le temps de préchauffage. Extruder une petite quantité de la charge du cylindre à une pression constante (méthode 1) ou appliquer un débit volumique constant jusqu'à l'obtention d'une pression ou charge positive (méthode 2). Ensuite, arrêter l'extrusion ou le débit volumique jusqu'à l'obtention d'un temps de préchauffage d'au moins 5 min, sauf spécification contraire indiquée dans la norme de référence. Vérifier que le temps de préchauffage suffit pour obtenir l'équilibre thermique de la matière échantillonnée au cœur du cylindre pour chaque matière soumise à l'essai, soit en s'assurant qu'une augmentation du temps de préchauffage ne fait pas varier la valeur mesurée (pression d'essai ou débit, selon le cas) de plus de $\pm 5\%$ lorsque les conditions d'essai sont constantes, soit en introduisant un thermomètre dans l'échantillon à l'intérieur du cylindre et en s'assurant qu'à l'intérieur des limites de préchauffage prescrites, la température de l'échantillon est égale à la température d'essai prescrite, à l'intérieur des limites de tolérance sur les écarts de température locaux, données au tableau 2. Ensuite, extruder une petite quantité de l'éprouvette, puis stopper le piston et attendre une minute avant de procéder au mesurage.

7.4 Détermination de la durée d'essai maximale admissible

Pour chaque échantillon et chaque température d'essai, déterminer la durée d'essai maximale admissible en effectuant des essais avec différentes durées de préchauffage, avant l'essai réel, cette durée maximale correspondant à l'intervalle de temps écoulé depuis la fin du chargement du cylindre pendant lequel la grandeur mesurée (débit volumique ou pression d'essai, selon le cas) ne varie pas de plus de $\pm 5\%$ dans les conditions d'essai constantes. (Voir également 7.3.)

Si la totalité des valeurs exigées pour la pression d'essai ou le débit volumique ne peut pas être déterminée pendant la durée maximale admissible fixée pour un seul essai, effectuer les mesurages par étapes, en procédant à plusieurs remplissages du cylindre avec un même échantillon. (Voir note 15.)

7.5 Détermination de la pression d'essai à débit volumique constant: Méthode 2

Si la pression d'essai nécessaire pour maintenir un débit d'écoulement volumique donné doit être déterminée (voir également 5.4.1 et 7.7), appliquer l'une des méthodes suivantes (voir tableau 1):

- méthode A2 avec les filières capillaires;
- méthode B2 avec les filières plates.

7.6 Détermination du débit volumique à pression d'essai constante: Méthode 1

Si, en variante à 7.5, le débit volumique pour une chute de pression donnée est exigé (voir également 7.7), appliquer l'une des méthodes suivantes (voir tableau 1):

- méthode A1 avec les filières capillaires;
- méthode B1 avec les filières plates.

7.7 Périodes d'attente au cours des mesurages

Pour chaque mesurage, il faut attendre que la pression d'essai (méthode A2 ou B2) ou le débit volumique (méthode A1 ou B1) devienne constant(e) (par exemple $\pm 3\%$) pendant une durée donnée (par exemple 15 s).

NOTE 15 Un seul remplissage de cylindre permet généralement de déterminer plusieurs couples de valeurs pour le débit volumique et la pression d'essai.

Intercaler des périodes d'attente supplémentaires après chaque modification du débit volumique ou de la pression d'essai avant de relever les valeurs de mesure afin de réduire l'influence des variations adiabatiques de la température de la matière fondue dues aux variations de pression. Les périodes d'attente supplémentaires doivent être aussi longues qu'il est nécessaire pour que la pression d'essai ou le débit volumique selon le cas, devienne constant(e) dans les limites prescrites.

NOTE 16 Il est recommandé de répéter les mesurages choisis pour vérifier la répétabilité.

7.8 Mesurage du gonflement de l'extrudat

7.8.1 Généralités

Mesurer le gonflement de l'extrudat à la température d'essai pendant le processus d'extrusion ou après refroidissement du jonc extrudé jusqu'à la température ambiante.

NOTE 17 Le diamètre du jonc extrudé varie en fonction du débit, de la température d'essai, du laps de temps écoulé depuis son extrusion, du mode opératoire de refroidissement (pour le rapport à la température ambiante), de la longueur de l'extrudat et du capillaire, ainsi que du diamètre du cylindre et du capillaire. Les résultats obtenus peuvent être influencés par les caractéristiques de la technique de mesurage.

Les modes opératoires donnés ci-après permettent de mesurer le gonflement, d'autres méthodes pouvant toutefois être utilisées. Ces méthodes opératoires prévues pour les filières capillaires peuvent être étendues par analogie aux filières plates.