

NORME
INTERNATIONALE

ISO/ASTM
52925

Première édition
2022-04

**Fabrication additive de polymères —
Matières premières — Qualification
des matériaux pour la fusion laser de
pièces sur lit de poudre**

*Additive manufacturing of polymers — Feedstock materials —
Qualification of materials for laser-based powder bed fusion of parts*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/ASTM 52925:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022>



Numéro de référence
ISO/ASTM 52925:2022(F)

© ISO/ASTM International 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/ASTM 52925:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO/ASTM International 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou un intranet, sans autorisation écrite soit de l'ISO à l'adresse ci-après, soit d'un organisme membre de l'ISO dans le pays du demandeur. Aux États-Unis, les demandes doivent être adressées à ASTM International.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

ASTM International
100 Barr Harbor Drive, PO Box C700
West Conshohocken, PA 19428-2959, USA
Tél.: +610 832 9634
Fax: +610 832 9635
E-mail: khooper@astm.org
Web: www.astm.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	1
4.1 Symboles	1
4.2 Abréviations	2
5 Échantillonnage	2
5.1 Généralités	2
5.2 Caractérisation de la poudre vierge et de mélanges de poudres	2
5.3 Caractérisation de la poudre qui a déjà été utilisée	2
6 Rapport d'essai en usine	3
6.1 Généralités	3
6.2 Distribution granulométrique	3
6.3 Teneur en monomère résiduel/teneur en extrait	3
6.4 Données supplémentaires	4
7 Facteurs influençant l'aptitude à la mise en œuvre	4
7.1 Généralités	4
7.2 Aptitude à l'étalement de la poudre	4
7.3 Humidité relative de la poudre (humidité de surface)	5
7.4 Distribution granulométrique	5
8 Facteurs affectant la qualité de la pièce	6
8.1 Généralités	6
8.2 Comportement de fusion, fluidité et MVR	6
8.2.1 Généralités	6
8.2.2 Méthodes de laboratoire	6
8.2.3 Indice de fluidité en volume à chaud (MVR)	7
8.3 Température de fusion et température de recristallisation	8
Annexe A (informative) Rapport de Hausner, H_R	10
Annexe B (informative) Détermination de l'indice de fluidité en volume à chaud (MVR)	13
Annexe C (informative) Essai interlaboratoires sur le MVR	16
Bibliographie	19

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par l'ISO/TC 261, Fabrication additive, en coopération avec l'ASTM F 42, Technologies de fabrication additive, dans le cadre d'un accord de partenariat entre l'ISO et ASTM International dans le but de créer un ensemble commun de normes ISO/ASTM sur la fabrication additive et en collaboration avec le Comité Européen de Normalisation (CEN), Comité technique CEN/TC 438, Fabrication additive, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Fabrication additive de polymères — Matières premières — Qualification des matériaux pour la fusion laser de pièces sur lit de poudre

1 Domaine d'application

Le présent document donne des conseils et des recommandations pour la qualification des matériaux polymères destinés à la fusion laser de polymères sur lit de poudre (PBF-LB/P). Les paramètres et recommandations présentés dans le présent document concernent principalement le polyamide 12 (PA12), mais des références sont également faites au polyamide 11 (PA11). Les paramètres et recommandations énoncés ici peuvent ne pas être applicables à d'autres matériaux polymères.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/ASTM 52900, *Fabrication additive — Principes généraux — Fondamentaux et vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/ASTM 52900 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

4 Symboles et abréviations

4.1 Symboles

Les symboles suivants sont utilisés dans le présent document:

Symboles	Désignation	Unité
D_{v10}	quantile 10 % de la taille de particule basé sur le volume de l'échantillon	μm
D_{v50}	quantile 50 % de la taille de particule basé sur le volume de l'échantillon	μm
D_{v90}	quantile 90 % de la taille de particule basé sur le volume de l'échantillon	μm
H_R	rapport de Hausner	—
s_r	écart-type de répétabilité	—
s_R	écart-type de reproductibilité	—
T_B	plage de température de mise en œuvre	$^{\circ}\text{C}$
T_{ic}	température de cristallisation initiale	$^{\circ}\text{C}$
T_{im}	température de fusion initiale	$^{\circ}\text{C}$

Symboles	Désignation	Unité
V_{∞}	volume apparent	mL
V_0	volume tassé	mL
η_{rel}	viscosité relative	—
ρ_{∞}	masse volumique apparente	g/mL
ρ_0	masse volumique tassée	g/mL

4.2 Abréviations

Les abréviations suivantes sont utilisées dans le présent document:

DSC	analyse calorimétrique différentielle
GPC	chromatographie par perméation de gel
MFI	indice de fluidité
MFR	indice de fluidité en masse à chaud
MVR	indice de fluidité en volume à chaud
PA11	polyamide 11
PA12	polyamide 12
RoHS	restriction d'utilisation de certaines substances dangereuses

5 Échantillonnage

[ISO/ASTM 52925:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a48b746b-9d33-44f0-a907-c19b242db228/iso-astm-52925-2022>

5.1 Généralités

Lors de l'analyse d'un petit échantillon de poudre pour déterminer sa qualité et son aptitude à l'emploi pour le PBF-LB/P, on doit s'assurer que cet échantillon est représentatif de la poudre dans son ensemble.

5.2 Caractérisation de la poudre vierge et de mélanges de poudres

Chaque nouveau lot de poudre vierge doit être soumis à l'essai, et il convient également de soumettre à l'essai chaque mélange de poudres constitué de poudre qui a déjà été utilisée et de poudre vierge conformément aux méthodes de mesure énumérées dans le présent document. L'essai du mélange de poudres est recommandé pour la production en série pour garantir la qualité constante de la pièce. Pour réduire le domaine des essais et garantir un haut niveau d'homogénéité de la poudre, il convient que la taille du lot de poudre mélangée soit aussi grande que possible.

5.3 Caractérisation de la poudre qui a déjà été utilisée

Étant donné que des historiques de température différents dans la poudre qui a déjà été utilisée pour la croûte d'une pièce peuvent conduire à des différences significatives au niveau de la qualité du matériau, la quantité totale de poudre doit être homogénéisée pour obtenir un échantillon de poudre représentatif.

Dans la pratique, cela peut être réalisé en mélangeant intimement la poudre dans un mélangeur, par exemple. Une fois mélangé, l'échantillon peut être prélevé à n'importe quel endroit de la poudre. Si un mélangeur suffisamment grand n'est pas disponible, plusieurs échantillons (au moins cinq, chacun d'une masse d'au moins 20 g) peuvent être prélevés à différents endroits et mélangés ensemble. Les échantillons pour analyse peuvent ensuite être prélevés à partir de ce mélange.

IMPORTANT — Idéalement, il convient d'homogénéiser le volume total de poudre plutôt que des échantillons individuels. Idéalement, il convient que la méthode de mélange soit validée.

6 Rapport d'essai en usine

6.1 Généralités

Il convient que le rapport d'essai en usine contienne les mesurages des paramètres spécifiques de la poudre du lot (valeurs caractéristiques) qui peuvent avoir un impact critique sur le procédé de fabrication.

Il convient que chaque rapport d'essai en usine comprenne les données conformes de [6.2](#) à [6.4](#).

6.2 Distribution granulométrique

La distribution granulométrique a une influence significative sur l'aptitude à l'étalement et sur la masse volumique apparente et elle contribue donc à l'aptitude à la mise en œuvre et aux caractéristiques de la pièce. Les données type sont les valeurs D_{v10} , D_{v50} et D_{v90} . Celles-ci correspondent à la taille de particules à laquelle 10 %, 50 % ou 90 % de la fraction volumique de la poudre sont inférieurs à cette valeur. Une analyse en rapport avec le volume ou la masse est préférable à une analyse numérique, car les petites particules ne représentent qu'une petite fraction de la masse ou du volume, même lorsqu'elles sont présentes en grand nombre.

Un grand nombre de grosses particules nuit à la qualité de surface et à la finesse des détails (résolution du détail) de la pièce. La valeur D_{v90} peut servir à indiquer la fraction grossière; c'est-à-dire que 10 % de la fraction volumique de la poudre sont supérieurs à cette taille de particule.

Une proportion élevée de fines particules produit une matière particulaire plus fine qui peut contaminer la machine de FA et son environnement. Plus les particules sont petites, plus le rapport de la surface au volume est grand et plus les forces de surface ainsi que la charge électrostatique sont importantes. Cela nuit à l'aptitude à l'étalement et peut causer l'accumulation de dépôts de poudre sur le dispositif d'étalement de poudre, par exemple. La valeur D_{v10} sert de mesure de la fraction fine; c'est-à-dire que 10 % de la fraction volumique de la poudre sont inférieurs à cette taille de particules.

La taille de particules médiane (valeur D_{v50}) fournit une bonne indication de la rugosité de surface obtenue des pièces, car elle est en grande partie déterminée par les particules qui adhèrent aux pièces ou par les particules partiellement fondues.

Le fournisseur de poudre et l'utilisateur ont à se mettre d'accord sur la méthode pour mesurer les valeurs et les tolérances. D_{v10} , D_{v50} et D_{v90} sont obligatoires et fonction du PSD (par exemple, bimodal) il convient qu'il y ait plus de données dans le rapport ou l'analyse totale (graphique et données) du PSD.

IMPORTANT — Les valeurs D_{v10} , D_{v50} et D_{v90} doivent au minimum être indiquées. Il est avantageux d'indiquer la distribution granulométrique complète.

Déterminer la distribution granulométrique conformément à [7.4](#).

6.3 Teneur en monomère résiduel/teneur en extrait

Il convient de maintenir à un niveau minimal la teneur en monomère résiduel/teneur en extrait d'une poudre de PBF-LB/P pour réduire la libération de gaz par la poudre. Ces gaz monomères libérés peuvent se condenser sur les zones les plus froides de la machine de fabrication additive et souiller le système par conséquent. Les éléments optiques souillés de cette manière absorbent le rayonnement laser, conduisant à une réduction de la puissance du laser délivrée sur le champ de fabrication. Cela peut avoir un effet néfaste sur les propriétés mécaniques et sur la masse volumique de la pièce. L'encrassement des composants soumis à des contraintes mécaniques peut accélérer le vieillissement ou, dans des cas extrêmes, entraîner leur défaillance.

6.4 Données supplémentaires

Normalement, la formulation de la poudre est confidentielle et n'est pas divulguée. Toutefois, l'acheteur peut en général supposer que le fournisseur de matériau s'en tient à sa formulation et que la teneur en charges et en additifs reste constante d'un lot à l'autre et qu'elle fait l'objet d'un suivi pendant la production. Aucune variation de la formulation ou des additifs n'est acceptable sans l'accord préalable du client. Il est inhabituel de spécifier explicitement la formulation dans le rapport d'essai en usine, car c'est aussi le cas pour les granulés de plastique pour les applications de moulage par injection. Il est recommandé que la poudre soit certifiée par un renvoi à une spécification, telle que l'ASTM D6779^[16]. Des certificats appropriés (par exemple, Fiches de Données de Sécurité, «Système Général Harmonisé de Classification et d'Étiquetage des Produits chimiques», Directive européenne 2011/65/UE) sont délivrés pour confirmer que la formulation ne contient aucune substance nocive. Les composants importants et leur effet sur les caractéristiques de la pièce sont énumérés ci-dessous:

- stabilisants: ils empêchent la dégradation thermique dans le polymère et influencent également les caractéristiques mécaniques de la pièce obtenue.
- agents d'écoulement: ils permettent un mouvement moins restreint des particules les unes par rapport aux autres,
- charges (par exemple, billes de verre, fibres, particules céramiques, modifiants de choc): les charges dans le polymère influencent les caractéristiques mécaniques de la pièce.
- retardateurs de flamme: ils influencent l'inflammabilité des pièces.
- additifs: certains additifs peuvent être exclus contractuellement, en fonction de l'utilisation ultérieure.

IMPORTANT — Il est recommandé que les informations supplémentaires fassent l'objet d'un accord entre les cocontractants, en fonction du domaine d'application souhaité.

7 Facteurs influençant l'aptitude à la mise en œuvre

7.1 Généralités

De nombreuses caractéristiques de la poudre polymère déterminent au final si une pièce produite par PBF-LB/P est ou non conforme aux exigences. Toutefois, les limites de tolérance d'un grand nombre de ces caractéristiques dépendent largement de la machine de FA et/ou des paramètres de mise en œuvre utilisés. Pour cette raison, ce paragraphe traite uniquement des facteurs qui rendent la mise en œuvre fondamentalement irréalisable; en d'autres termes, les mesurages décrits ci-dessous peuvent être utilisés pour exclure un matériau inapproprié.

7.2 Aptitude à l'étalement de la poudre

L'aptitude à l'étalement et les caractéristiques d'écoulement de la poudre déterminent la qualité de la poudre pour le dispositif d'étalement de la poudre d'un système PBF-LB/P.

Si une poudre ne s'écoule pas librement car la forme et/ou la distribution des particules sont défavorables ou parce que sa charge électrostatique est trop forte, ni l'introduction de la charge dans la chambre de procédé, ni l'application d'une fine couche de poudre dans la machine de FA ne peuvent être garanties.

Toute poudre ayant de mauvaises caractéristiques d'écoulement doit être détectée et exclue.

Il existe plusieurs possibilités pour déterminer la coulabilité des poudres et leur utilisation comme poudres de PBF-LB/P est en cours d'étude. Une possibilité, qui a obtenu de bons résultats lors d'un essai interlaboratoires (voir l'[Annexe A](#)), est la détermination du rapport de Hausner H_R . Elle est basée sur la détermination de la coulabilité selon l'ISO 6186 et sur la détermination de la masse volumique apparente selon l'ISO 60.

Tandis que les deux dernières méthodes sont définies très précisément dans les normes correspondantes, la détermination du rapport de Hausner n'a pas encore été normalisée. L'Annexe A du présent document décrit en détail la définition du rapport de Hausner H_R , sa détermination par mesurage et son importance.

NOTE Le rapport de Hausner est recommandé, car il existe une bonne relation avec la capacité d'étalement des poudres dans le PBF-LB/P.

7.3 Humidité relative de la poudre (humidité de surface)

Lorsque les grains de poudre sont en mouvement, les surfaces des particules individuelles entrent en contact les unes avec les autres, puis se séparent à nouveau, entraînant une séparation de la charge qui mène la poudre à développer une charge électrostatique. Comme un polymère est un isolant (matériau non conducteur), aucune égalisation de la charge ne peut se produire dans les particules individuelles. La décharge se fait au niveau de l'humidité de surface de la particule et par l'intermédiaire de l'air ambiant. La conductivité électrique de la poudre générée par l'humidité de surface est donc critique pour l'élimination des charges électrostatiques dans le volume de poudre.

Comme il dépend de l'humidité à la surface de la particule, le mesurage de l'humidité à l'aide de balances de mesure d'humidité n'est pas informatif. Avec cette méthode, la perte d'humidité d'un échantillon est mesurée en augmentant la température. Cependant, dans le cas des polyamides, le polymère lui-même absorbe également l'eau et cette humidité s'échappe aussi lors du chauffage. Par conséquent, il n'est pas possible de distinguer si l'eau a joué un rôle actif dans la décharge à la surface de la particule ou si elle a été piégée à l'intérieur des particules.

Un humidimètre avec un capteur est donc une alternative appropriée. Cette méthode de mesure détermine l'humidité relative de l'air. Le capteur peut être inséré dans la poudre, car l'humidité relative de l'air est une indication indirecte de l'humidité de surface de la poudre. Plus l'humidité relative mesurée est élevée, plus l'humidité de surface de la poudre est élevée. Pour obtenir des mesurages reproductibles, il convient d'insérer le capteur à la même profondeur dans le lit de poudre à chaque fois. Il convient que la profondeur soit au minimum de 200 mm. Pour le PA12 et le PA11, des humidités relatives de 40 % à 60 % mesurées selon cette méthode se sont révélées idéales pour la mise en œuvre de la poudre.

7.4 Distribution granulométrique

Comme déjà décrit en 6.2, la distribution granulométrique a une influence sur l'aptitude à la mise en œuvre et/ou sur la qualité de la pièce et pour cette raison il convient qu'elle soit également suivie dans les mélanges de poudres contenant de la poudre qui a déjà été utilisée et de la poudre vierge. Des problèmes d'aptitude à la mise en œuvre peuvent se produire si la fraction grossière est trop élevée. Ces grosses particules peuvent être l'origine de défauts pendant l'étalement de la poudre (par exemple, des bandes ou des rayures) ou même déplacer de petites pièces dans des cas extrêmes. La fraction grossière a également une influence sur la qualité de surface et sur la résolution du détail de la pièce. La fraction grossière est caractérisée par la valeur $D_{v,90}$.

La fraction fine cause également des défauts pendant le revêtement en raison des interactions entre les particules, de la charge électrostatique et de la mauvaise aptitude à l'étalement qui en résulte. La fraction fine est caractérisée par la valeur $D_{v,10}$.

Diverses méthodes de mesure sont disponibles pour déterminer la fraction grossière et fine au moyen d'une analyse.

Une méthode est la diffraction laser conformément à l'ISO 13320. Ici, la poudre, dispersée dans de l'air comprimé (mesurage à sec) ou dans un dispersant liquide (mesurage humide) est placée sur le trajet d'un faisceau laser et la distribution granulométrique est calculée en utilisant des détecteurs qui mesurent le diagramme de diffusion de la lumière.

Une analyse d'image optique est une autre méthode. Une distinction est faite entre l'analyse d'image statique pour les particules au repos (ISO 13322-1) et l'analyse d'image dynamique pour les particules en mouvement, dispersées dans l'air ou dans un liquide (ISO 13322-2). Les deux versions sont basées

sur l'analyse d'images projetées en 2D des particules de poudre, qui fournit des informations sur la distribution granulométrique et sur la forme des particules (y compris la sphéricité).

L'analyse par tamisage (ASTM D1921^[14] ou ISO 3310) est une méthode robuste d'analyse des poudres. Ici, un échantillon de poudre est versé dans une tour contenant plusieurs tamis. Le tamis supérieur a la plus grande largeur de mailles et chaque tamis situé en dessous a une largeur de mailles plus petite que le celui du dessus. En pesant les fractions individuelles retenues sur chaque tamis, il est possible de déterminer la distribution granulométrique de la poudre par le poids des fractions individuelles.

Pour le suivi de la poudre aucune analyse de la distribution granulométrique n'est nécessaire. Une version simplifiée comprenant juste un tamis grossier pourrait être utilisée pour déterminer simplement la fraction grossière et établir le seuil interne pour le matériau grossier. Il convient que la largeur de mailles du tamis grossier soit corrélée à l'épaisseur de couche qui est ensuite requise (plus les couches sont minces, plus le tamis est fin). Des largeurs de mailles de 120 µm à 200 µm doivent être utilisées. Il convient que la fraction grossière retenue sur le tamis ne dépasse pas 5 %. Il convient qu'aucun contaminant ou aucune très grosse particule/agglomérat ne soient visibles. Cette méthode est un moyen très fiable pour détecter une poudre qui n'est pas suffisamment tamisée ou l'endommagement d'un tamis pendant la mise en œuvre de la poudre.

8 Facteurs affectant la qualité de la pièce

8.1 Généralités

Plusieurs facteurs ont un impact sur la qualité de la pièce. Les caractéristiques du matériau qui ont une influence sur la pièce finie et peuvent être mesurées en utilisant des méthodes analytiques sont décrites dans les paragraphes suivants.

8.2 Comportement de fusion, fluidité et MVR

8.2.1 Généralités

Les caractéristiques d'écoulement d'un polymère fondu sont largement déterminées par la distribution de la masse moléculaire et la température, la pression et la vitesse de cisaillement de la matière fondue. Plus la température de fusion est élevée, plus la viscosité est faible. Cet effet est même encore plus prononcé avec le PBF-LB/P qu'avec des méthodes de mise en œuvre conventionnelles des polymères, car le cisaillement et la pression ne sont pas concernés. Dans ce cas, la température, la forme moléculaire et la longueur de chaîne déterminent si la poudre forme un film de fusion adéquat, combien de pores restent dans la pièce et dans quelle mesure la couche se lie à la précédente couche. Les caractéristiques d'écoulement de la matière fondue donnent ainsi une indication sur la mécanique de la pièce et sur la liaison entre les couches.

Les paramètres de procédé (par exemple, puissance laser et vitesse de balayage) sont normalement choisis pour produire une couche de fusion homogène. Une fluidité trop faible conduit à la formation de pores dans le composant ou à une mauvaise liaison de couche. Les deux phénomènes peuvent avoir un effet néfaste sur la mécanique de la pièce. Ainsi, il est extrêmement important de contrôler la viscosité à l'état fondu des poudres vierges et des mélanges de poudres afin de produire des pièces de grande qualité.

8.2.2 Méthodes de laboratoire

La viscosité est déterminée au niveau moléculaire via la structure moléculaire et la distribution de la masse moléculaire. La GPC (chromatographie par perméation de gel) peut être utilisée pour obtenir des informations sur la longueur de la chaîne moléculaire et sur la distribution statique des longueurs de chaîne dans le matériau. Cependant, comme cette méthode est extrêmement longue à mettre en œuvre et coûteuse, elle est recommandée uniquement pour des analyses détaillées.

La détermination de la viscosité de la solution fournit également des informations sur la longueur moyenne de la chaîne et sur la masse moléculaire. Elle est effectuée en utilisant des polymères à

des concentrations variées dissous dans des solvants spécifiques. Les solvants type comprennent le m-crésol, le tétrachloroéthane et l'acide sulfurique concentré. Les polyamides sont mesurés dans un viscosimètre capillaire conformément à l'ISO 307. La viscosité relative, η_{rel} , est calculée à partir du rapport du temps d'écoulement de la solution polymère sur celui du solvant pur.

$$\eta_{rel} = \frac{t_{f,pol,sol}}{t_{solv}} = \frac{\eta_{pol,sol}}{\eta_{solv}} \quad (1)$$

Plus la valeur de η_{rel} est élevée dans une classe de polymère, plus la masse moléculaire moyenne est élevée et plus la viscosité du polymère fondu correspondant est élevée. Comme la détermination de la viscosité de la solution exige un appareillage très complexe et l'utilisation de solvants très toxiques, il est conseillé de réaliser ce mesurage uniquement dans un laboratoire d'essai convenablement équipé, dans le cadre du contrôle de la production.

Les deux méthodes mentionnées ci-dessus conviennent pour le contrôle qualité en cours de procédé de la poudre de PBF-LB/P, dans une certaine mesure.

8.2.3 Indice de fluidité en volume à chaud (MVR)

8.2.3.1 Généralités

Le mesurage de l'indice de fluidité en volume à chaud (MVR) est un moyen approprié de caractérisation de la viscosité du polymère fondu à un poids appliqué spécifié et à une température spécifiée. L'indice de fluidité en masse à chaud (MFR) ou l'indice de fluidité (MFI) sont aussi largement utilisés.

La détermination du MVR conformément à l'ISO 1133-1 et à l'ISO 1133-2 est effectuée au moyen d'un rhéomètre capillaire, dans lequel le matériau (granulés ou poudre) est fondu dans un cylindre chauffé et est introduit de force dans un orifice (capillaire) défini par la pression générée par le poids appliqué. Le volume du polymère fondu extrudé – l'extrudat – est déterminé en fonction du temps. Comme le montage de mesure est relativement simple, ce procédé convient pour le suivi du matériau en cours de procédé dans les installations de production.

Lors du mesurage du polyamide, la teneur en humidité de l'échantillon est critique. Comme les polyamides peuvent absorber l'eau et que, spécialement dans le cas des poudres, l'humidité peut s'accumuler sur la (grande) zone spécifique de la surface de la poudre, en raison des petites particules de poudre, des conditions ambiantes et des méthodes de préparation des échantillons identiques sont essentielles pour assurer des mesurages fiables. De plus, la masse moléculaire de l'échantillon peut varier pendant le mesurage, car les polymères peuvent à la fois se décomposer et se former dans la matière fondue. Il s'ensuit que les mesurages sont comparables uniquement si les mêmes cycles de mesure sont suivis, par exemple, des temps de préchauffage fixes.

8.2.3.2 Mode opératoire normalisé pour le MVR

[B.5](#) contient un mode opératoire normalisé de l'échantillon pour déterminer la valeur du MVR lors de l'utilisation de poudre de PA12.

8.2.3.3 Essai interlaboratoires sur le MVR

Les résultats d'un essai interlaboratoires pour déterminer la valeur du MVR sont présentés dans [l'Annexe C](#).

8.2.3.4 Suivi de la poudre avec le MVR

Il est important d'établir une valeur seuil de MVR et une valeur cible de MVR. Cela peut être déterminé analytiquement en préparant des mélanges de poudre contenant de la poudre qui a déjà été utilisée et diverses proportions de poudre vierge, et en déterminant les valeurs de MVR respectives de ces mélanges. La proportion de poudre vierge (taux de renouvellement) doit se situer dans la plage recommandée par le fournisseur de matériau et être augmentée ou diminuée par incréments de 5 % au