



<b>Titre:</b> Title:	Le gonflement postextrusion dans le procédé d'extrusion de profiles en matériaux plastiques
Auteur: Author:	Michel Huneault
Date:	1989
Туре:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Huneault, M. (1989). Le gonflement postextrusion dans le procédé d'extrusion de profiles en matériaux plastiques [Master's thesis, Polytechnique Montréal]. PolyPublie. <u>https://publications.polymtl.ca/58241/</u>

# **Document en libre accès dans PolyPublie** Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/58241/
Directeurs de recherche: Advisors:	
Programme: Program:	Unspecified

### UNIVERSITE DE MONTREAL

### LE GONFLEMENT POSTEXTRUSION DANS LE PROCEDE D'EXTRUSION DE PROFILES EN MATERIAUX PLASTIQUES

par

Michel HUNEAULT

DEPARTEMENT DE GENIE CHIMIQUE

ECOLE POLYTECHNIQUE

## DU GRADE DE MAITRE ES SCIENCES APPLIQUEES (M.Sc.A)

MEMOIRE PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION

**AVRIL 1989** 

c Michel Huneault 1989

Permission has been granted to the National Library of Canada to microfilm this thesis and to lend or sell copies of the film.

The author (copyright owner) has reserved other publication rights, and neither the thesis nor extensive extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her written permission. L'autorisation a été accordée à la Bibliothèque nationale du Canada de microfilmer cette thèse et de prêter ou de vendre des exemplaires du film.

L'auteur (titulaire du droit d'auteur) se réserve les autres droits de publication; ni la thèse ni de longs extraits de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation écrite.

ISBN 0-315-50232-0

#### UNIVERSITE DE MONTREAL

117.4 210

#### ECOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé:

### LE GONFLEMENT POSTEXTRUSION DANS LE PROCEDE D'EXTRUSION DE PROFILES EN MATERIAUX PLASTIQUES

présenté par: Michel Huneault en vue de l'obtention du grade de: M.Sc.A. a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. Henry P. Shreiber, Ph.D., président

M. Pierre J. Carreau, Ph.D.

M. Jean-Pierre Chalifoux, Ph.D.

M. Pierre G. Lafleur, Ph.D.

### Sommaire

Le gonflement postextrusion est un problème important lors de la conception de filière d'extrusion. Le but de la présente recherche est de déterminer l'influence des conditions d'opération et de la géométrie de la filière sur le gonflement.

Pour parvenir à ce but, nous avons procédé a une étude expérimentale sur deux polymères: le Poly(chlorure de vinyle) ou PVC qui est largement utilisé dans l'industrie du profilé et le polyéthylène haute densité (HDPE). Nous avons déterminé les propriétés rhéologiques (courbe de viscosité, modules de perte et de stockage élastique, module de complaisance) des deux matériaux. Nous avons mesuré le gonflement d'équilibre d'un extrudat circulaire de PVC et de HDPE obtenu d'une extrudeuse de dimensions semi-industrielles. étudié Nous avons l'influence de la vitesse de cisaillement, de la contrainte de cisaillement, du rapport longueur sur diamètre de la filière, de la géométrie d'entrée, du temps de résidence dans la filière et de la température sur le gonflement. Nos résultats montrent que le gonflement du PVC est surtout fonction du temps de résidence, de la température et, pour les courtes filières, de la géométrie d'entrée dans la filière ainsi que de son rapport L/D. Pour le HDPE, le gonflement est

fonction du temps de résidence dans la filière et, pour les filières courtes, de la géométrie d'entrée dans la filière.

Nous avons observé la dynamique du gonflement d'un extrudat circulaire en présence d'étirement à l'aide d'un ensemble caméra-vidéo et digitaliseur d'images. De plus, avons étudié l'effet du débit, de la vitesse nous d'étirement, des températures de filière et de polymère et la longueur de la filière sur la forme d'un profilé rectangulaire en PVC. Un facteur de forme pour un tel profilé se définit simplement comme le rapport de sa largeur sur son épaisseur. Nos résultats ont montré que pour une aire de section donnée, le facteur de forme est modifié par la longueur de filière et à un moindre degré par la température. Ceci est dû au fait que la longueur de filière et la température modifient le gonflement qui lui-même se manifeste principalement sur la dimension de l'épaisseur. De plus la diminution de l'aire finale du profilé, obtenue en augmentant la vitesse d'étirement, entraîne une réduction préférentielle de l'épaisseur à cause de l'inhibition partielle du gonflement.

v

### Abstract

The extrudate swell phenomenon is a major problem in profile extrusion die design. The main objective of this study is to determine the effect of processing parameters and die geometry on the extrudate swell of thermoplastics.

An experimental study of the swelling behavior of Poly(vinyl chloride) (PVC) and of high density polyethylene (HDPE) has been done. Rheological properties in both steady and unsteady shear have been determined. Equilibrium swell of circular extrudates have been measured for different operating conditions. It was found that the equilibrium extrudate swell of PVC is mainly function of residence time, temperature and, for short dies, of the die length and entrance geometry. For HDPE, extrudate swell was an independent function of residence time and for short dies of the entrance geometry.

Diameter profiles of drawn extrudates have been determined using an image digitizer. Also, results on extrusion of a PVC rectangular profile show that both die length and polymer temperature affect the shape of a constant cross-section area profile. Reduction of the cross section area by drawdown also causes a greater reduction of the thickness dimension because of reduction in swelling.

### Remerciement

J'aimerais remercier mes directeurs de recherche Prof. Pierre J. Carreau et Prof. Pierre G. Lafleur pour la supervision de mon projet de maîtrise.

J'aimerais remercier la compagnie "Les systèmes Thermoplast Inc." et en particulier Dr. Jean-Pierre Chalifoux et M. Sylvain Ménard pour leur apport technique qui a permis d'orienter ce projet vers des applications industrielles.

J'aimerais remercier L'Institut de Génie des Matériaux et en particulier M. Pierre Samut pour la caractérisation dynamique des résines utilisées dans ce projet.

Finalement, j'aimerais remercier le Centre de recherche appliquée sur les poymères (C.R.A.S.P.) et l'organisme F.C.A.R. pour leur support financier.

### <u>Table des matières</u>

Somma	ire		iv
Abstra	act		vi
Remero	cieme	ent	vii
Liste	des	figures	xii
Liste	des	Tableaux	xix
Nomeno	clatu	ire	xx
Chapit	re		
1	Inti	roduction	1
	1.1	Procédé d'extrusion de profilé	2
	1.2	Mécanismes du gonflement postextrusion	8
	1.3	Influences de divers paramètres	14
		1.3-1 Vitesse de cisaillement	14
		1.3-2 Longueur de filière	15
		1.3-3 Géométrie d'entrée	17
		1.3-4 Température	19
		1.3-5 Structure moléculaire	21
		1.3-6 Durée de la relaxation	23

		ix
	1.4 Modèles pour la prédiction du gonflement	24
	1.4-1 Modèles analytiques	25
	1.4-2 Modèles numériques	30
	1.5 Situation actuelle de la conception de	
	filière	32
2	Objectifs	36
_		
3	Méthode expérimentale	38
	2 1 Matériany utilisés	20
	5.1 Materiaux utilises	20
	3.2 Caractérisation rhéologique	39
	3.2-1 Appareils de mesure	39
	3.2-2 Viscosité	45
	3.2-3 Propriétés en fluage et recouvrance	56
	3.2-4 Propriétés dynamiques	62
	3.3 Mesure du gonflement / Equipements	69
	3.3-1 Extrudeuse	69
	3.3-2 Filières	70
•	3.3-3 Equipements auxiliaires	71

		x
	3.4 Mesure du gonflement / Procédures	73
	3.4-1 Gonflement d'équilibre	73
	3.4-2 Gonflement et étirement simultané	79
4	Résultats expérimentaux	81
	*	
	4.1 Gonflement d'équilibre	82
	4.1-1 Effet du débit	83
	4.1-2 Effet de la vitesse de cisaillement	87
	4.1-3 Effet de la contrainte de	
	cisaillement	91
	4.1-4 Effet du rapport L/D	95
	4.1-5 Effet du temps de résidence	99
	4.1-6 Effet de la géométrie d'entrée	105
	4.1-7 Effet de la température	114
	4.2 Profil de diamètre	118
	4.3 Extrusion d'un profilé rectangulaire	131
5	Conclusions	141
6	Recommendations	145

	xi
Bibliographie	147
Appendices	159
Appendice A: Résultats de viscosité	160
Appendice B: Résultats dynamiques (R.M.S.)	164
Appendice C: Résultats de gonflement d'équi-	
libre	166
Appendice D: Résultats de profil de diamètre	174

×.

### Liste des figures

1.1-1	Schéma du procédé d'extrusion de profilés.	3
1.1-2	Schéma d'une filière de type plaque.	4
1.3~1	Schéma d'une filière capillaire	17
3.2-1	Expérience de fluage - recouvrance.	43
3.2-2	Expériences dynamiques.	44
3.2-3	Viscosité en fonction de la vitesse de ci- saillement pour le PVC à 190°C sur une plage étendue de vitesses de cisaillement ( $10^{-5}$ à $10^4$ s <sup>-1</sup> ).	52
3.2-4	Viscosité en fonction de la vitesse de ci- saillement pour le PVC à diverses tempé- ratures et sur une plage réduite de vi-	

tesses de cisaillement.

- 3.2-5 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PE à 190°C sur une plage étendue de vitesse de cisaillement (10<sup>-3</sup> à 10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>).
- 3.2-6 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PE à diverses températures et sur une plage réduite de vitesses de cisaillement.
- 3.2-7 Expérience de fluage recouvrance pour le PVC à 200°C pour une contrainte de 3000 Pa. 57
- 3.2-8 Expérience de fluage recouvrance pour le HDPE à 200°C pour une contrainte de 3000 Pa. 58
- 3.2-9 Modules dynamiques G' et G'' en fonction de la fréquence pour le PVC et le PE à 190°C. 66
- 3.2-10 Temps de relaxation maxwellien en fonction de la fréquence pour le PVC et le PE. 67
- 3.2-11 Module de relaxation de la contrainte G(t) pour le PVC et le PE. 68

- 3.4-1 Influence de la méthode de mesure sur le gonflement. 77
- 4.1-1 Ratio de gonflement en fonction du débit à divers rapports L/D pour le PVC à 190°C. 85
- 4.1-2 Ratio de gonflement en fonction du débit à divers rapports L/D pour le PE à 190°C. 86
- 4.1-3 Ratio de gonflement en fonction de la vitesse de cisaillement apparente pour le PVC à 190 et 200°C.
- 4.1-4 Ratio de gonflement en fonction de la vitesse de cisaillement apparente pour le PE à 190 et 220°C.
  90
- 4.1-5 Ratio de gonflement en fonction de la contrainte de cisaillement à la paroi pour le PVC à 180, 190 et 200°C et pour les rapports L/D de 3.9 et 23.6.

- 4.1-6 Ratio de gonflement en fonction de la contrainte de cisaillement pour le PE à 190 et 220°C et pour les rapports L/D de 3.9 et 23.6.
- 4.1-7 Ratio de gonflement en fonction du rapport
  L/D pour le PVC à 190 et 200°C et à diverses
  vitesses de cisaillement.
- 4.1-8 Ratio de gonflement en fonction du rapport L/D pour le PE à 190 et 220°C et à diverses vitesses de cisaillement.
- 4.1-9 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PVC à 190°C. 101
- 4.1-10 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PVC à 200°C. 102
- 4.1-11 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PE à 190°C. 103
- 4.1-12 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PE à 220°C. 104

xv

94

- 4.1-13 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le HDPE à 190°C. 110
- 4.1-14 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le HDPE à 220°C. 111
- 4.1-15 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PVC à 190°C. 112
- 4.1-16 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PVC à 200°C. 113
- 4.1-17 Ratio de gonflement en fonction de la température à vitesse et contrainte de cisaillement constantes pour le PVC. 116
- 4.1-18 Ratio de gonflement en fonction de la température à vitesse et contrainte de cisaillement constantes pour le PE. 117
- 4.2-1 Profil de diamètre après la sortie de la filière à divers ratios d'étirement pour le PVC. 126

- 4.2-2 Profil de diamètre après la sortie de la filière à divers ratios d'étirement pour le HDPE.127
- 4.2-3 Fraction du gonflement d'équilibre en fonction du temps à partir de la sortie de la filière pour le PVC à divers ratios d'étirement.
- 4.2-4 Fraction du gonflement d'équilibre en fonction du temps à partir de la sortie de la filière pour le PE à divers ratios d'étirement.
- 4.2-5 Profil de diamètre à divers débits et à ratio d'étirement constant pour le PVC et le PE. 130
- 4.3-1 Dimensions de largeur et d'épaisseur en fonction de l'aire finale du profilé rectangulaire pour le PVC avec la filière de rapport L/H de 10.

- 4.3-2 Dimensions de largeur et d'épaisseur en fonction de l'aire finale du profilé rectangulaire pour le PVC avec la filière de rapport L/H de 40.
- 4.3-3 Facteur de forme w/h en fonction de l'aire finale du profilé pour les filières de rapport L/H de 10 et 40.137

•

### <u>Liste des Tableaux</u>

1.4-1	Modèle pour la prédiction du gonflement à	
	partir de la déformation recouvrable.	26
3.2-1	Résultats des tests de fluage-recouvrance	59
4.3-1	Effet de la température sur l'épaisseur	
	profilé rectangulaire	140
Al	Viscosité en fonction de la vitesse de ci-	
	saillement réelle pour le PVC	160
A2	Viscosité en fonction de la vitesse de ci-	
	saillement réelle pour le PE.	162
B1	Propriétés dynamiques pour le PVC et le PE	164
Cl	Gonflement d'équilibre du PVC	166
C2	Gonflement d'équilibre du PE	171
Dl	Profil de diamètre du PVC	174
D2	Profil de diamètre du PE	175

### Nomenclature

-----

а	:	Aire de l'extrudat
A	:	Aire de filière (mm <sup>2</sup> )
В	:	Ratio de gonflement
d	:	Diamètre de l'extrudat (mm)
D	:	Diamètre de filière circulaire (mm)
D <sub>r</sub>	:	Diamètre de réservoir (mm)
G	:	Module de relaxation de contrainte (Pa)
G'	:	Module de stockage (Pa)
G'	<b>'</b> :	Module de perte (Pa)
h	:	Epaisseur d'extrudat rectangulaire (mm)
Η	:	Epaisseur de filière rectangulaire (mm)
Je	:	Module de complaisance (Pa <sup>-1</sup> )
M <sub>n</sub>	:	Masse moléculaire moyenne en nombre (g/mol)
Mw	:	Masse moléculaire moyenne en masse (g/mol)
N	:	Vitesse de rotation de vis d'extrusion (1/s)
N <sub>1</sub>	:	Première différence de contrainte normale (Pa)
Q	:	Débit volumique (mL/s)
R	:	Rayon de filière circulaire (mm)
t	•	Temps (s)
$t_r$	:	Temps de résidence dans la filière (s)
Т	:	Température (°C)
U	:	Vitesse d'entrainement du profilé (m/s)
V	:	Vitesse de l'extrudat (m/s)
w	:	Largeur d'un extrudat rectangulaire (mm)

- W : Largeur de filière rectangulaire (mm)
- X : Fraction du gonflement d'équilibre
- z : Distance axiale à partir de la sortie de la filière
   (m)
- α : Demi-angle d'entrée dans la filière (rad)
- $\gamma$  : Déformation
- γ<sub>r</sub> : Déformation recouvrable
- $\dot{\gamma}$  : Vitesse de déformation (s<sup>-1</sup>)
- $\dot{\gamma}_{a}$ : Vitesse de déformation apparente (s<sup>-1</sup>)
- $\dot{\gamma}_{w}$  : Vitesse de déformation réelle à la paroi (s<sup>-1</sup>)
- $\lambda$  : Ratio de contraction
- η : Viscosité (Pa.s)
- $\eta^*$  : Viscosité dynamique (Pa.s)
- $\sigma_{ii}$ : Contrainte appliquée sur plan j en direction i (Pa)
- $\sigma_n$  : Contrainte de cisaillement imposée en fluage (Pa)
- $\tau$  : Temps de relaxation Maxwellien (s)
- ω : Fréquence (rad/s)

### <u>Indice</u>

- eq : à l'équilibre
- w : à la paroi

### 1 Introduction

Les polymères synthétiques ou plastiques, qui n'ont fait leur apparition commerciale qu'au début du vingtième siècle, ont remplacé dans un grand nombre d'applications, les matériaux conventionnels et se sont prêtés à de nouvelles applications.

C'est la gamme quasi-infinie de propriétés mécaniques, optiques et chimiques et la facilité relative de la mise en forme qui distinguent le plus les plastiques des matériaux conventionnels tel les métaux, le verre ou le bois.

La mise en forme des plastiques, bien qu'économiquement avantageuse, ne va pas sans difficultés techniques. Dans le cadre du présent travail de recherche nous nous intéresserons au procédé d'extrusion de profilés et en particulier au problème du gonflement postextrusion.

### 1.1 Procédé d'extrusion de profilés

Le procédé d'extrusion de profilés est un procédé de mise en forme utilisé pour la fabrication de pièces longilignes tels les cadres de fenêtre, les gouttières ou les plinthes.

Le procédé est illustré à la figure 1.1-1. La plus imposante pièce d'équipement est l'extrudeuse dont la fonction est de fondre le polymère et de bâtir une pression suffisante pour forcer l'écoulement du polymère la filière. L'extrudeuse est fondu au travers de constituée d'un long baril chauffé au moyen de bandes chauffantes électriques. A l'intérieur, on retrouve la vis d'extrusion qui est une vis sans fin dont la rotation assure l'avancement de la matière. Plusieurs types de vis sont disponibles selon le polymère extrudé. Le polymère est introduit sous forme de poudre ou de granules dans la trémie de l'extrudeuse. Il passe ensuite par trois étapes: le transport du solide qui est caractérisé par l'augmentation de température du polymère, la fusion ou le polymère passe à l'état fondu et finalement le pompage dont la fonction est de bâtir une pression importante en amont de la filière.

A l'extrémité de l'extrudeuse est fixée la filière qui impose la géométrie de la section de l'extrudat. Dans la majorité des cas, pour des raisons de commodité d'usinage, les filières industrielles pour l'extrusion de profilés sont un assemblage de plusieurs plaques (Michaeli, 1984).



Figure 1.1-1 Schéma du procédé d'extrusion de profilés.

Une filière de type plaque est illustrée à la figure 1.1-2. La plaque initiale est la pièce connectrice entre l'extrudeuse et le reste de la filière. La section d'écoulement est une contraction conique dont le diamètre d'entrée est le diamètre intérieur du baril (5 à 20 cm) et dont le diamètre final est voisin des dimensions du profilé.

Ensuite viennent plusieurs une ou plaques intermédiaires dont la fonction est d'amener la section d'écoulement le plus proche possible de la section de la plaque finale ainsi que de balancer l'écoulement c'est-àdire de s'assurer que le front d'avancement de la matière soit le plus uniforme possible. C'est de loin cette partie de la filière qui est la plus difficile à concevoir. Et l'expérience joue ici un rôle primordial puisqu'il n'existe pas pour l'instant de modèle de CAO/IAO pouvant simuler ce type de situation (tridimensionnel viscoélastique).



Figure 1.1-2 Schéma d'une filière de type plaque.

La plaque finale est une plaque à section constante dont la fonction est de permettre au fluide "d'oublier" son passé thermomécanique. Nous pourrons mieux comprendre l'importance de cette plaque après avoir discuté du gonflement postextrusion.

Une fois que le polymère est sorti de la filière, il est refroidi dans un bassin d'eau de refroidissement (ou parfois aussi à l'aide de jets d'air). La longueur du bassin doit assurer une solidification suffisante du profilé pour permettre sa manipulation.

Pour certains profilés complexes, on a recours lors du refroidissement à un conformateur qui impose au profilé la géométrie voulue. Le polymère est maintenu en contact avec le conformateur par un mécanisme qui assure un vide entre le profilé et le conformateur.

Après le bassin, on a le tracteur de profilé qui assure son entraînement à vitesse contrôlée.

Puis, à la fin de la ligne d'extrusion, on a le dispositif de coupe du profilé. Cette coupe est généralement faite par une scie rotative. Le procédé étant continu, la scie doit se déplacer transversalement durant la coupe de façon à ne pas stopper l'arrivée du profilé. Les pièces produites peuvent ensuite être envoyées à leur utilisateur éventuel.

Généralement, les pièces produites par extrusion sont destinées à un assemblage quelconque et doivent donc se conformer à des tolérances dimensionnelles relativement sévères. Des tolérances typiques, par exemple, pour des profilés de fenêtres et de portes en PVC sont de  $\pm$  3° pour les angles,  $\pm$ 8% pour les épaisseurs de paroi et moins de  $\pm 1\%$  pour les dimensions de section (Office des Normes Générales du Canada, norme 41-GP-Malheureusement, l'obtention 19Ma). de dimensions précises n'est pas chose facile. On note trois causes de changements majeurs des dimensions de l'extrudat entre la sortie de la filière et la forme finale : la première et certainement la plus problématique est le gonflement sort d'une postextrusion. Lorsqu'un polymère fondu filière, sa section gonfle rapidement de sorte que l'aire de la section de l'extrudat peut atteindre de 2 à 6 fois l'aire de section de la filière. Ce phénomène est une manifestation de la viscoélasticité des polymères fondues. La seconde cause est l'étirement dû à la force de traction nécessaire pour entraîner le profilé. Le pourcentage d'étirement est déterminé par la vitesse linéaire des chenilles du tracteur de profilé. Toutefois, l'étirement se produit simultanément avec le gonflement ce qui peut amener, en même temps que les changements de dimensions, des changements au niveau de la forme du

profilé. La dernière cause de changement dimensionnel est le retrait c'est-à-dire le changement de volume de la matière lorsqu'elle se refroidit et se solidifie. Le retrait peut facilement être évalué à partir du rapport des densités du solide et du fondu. A priori, on peut supposer que le retrait est isotrope. Ainsi le retrait est facile à prédire et ne varie pratiquement pas avec les conditions d'opération du procédé. Les changements de dimensions et de forme dûs au gonflement et à l'étirement sont donc au coeur des problèmes dimensionnels en extrusion de profilé.

Dans la pratique, aussi, d'autres facteurs viennent influencer les dimensions du profilé. On a, par exemple, la non-uniformité des propriétés du polymère d'un lot à l'autre, ou encore les variations de débit à cause de l'utilisation de matériel recyclé. Ces considérations sont présentes et réelles mais difficiles à caractériser et surtout à contrôler.

### 1.2 Mécanisme du gonflement postextrusion

Lorsqu'un fluide viscoélastique tel un polymère fondu sort d'une filière, la section de l'extrudat prend une expansion importante (jusqu'à 600% de la section de la filière). Pour une filière circulaire, ceci se traduit en une augmentation de diamètre. Dans le cas d'une filière rectangulaire mince (largeur / épaisseur plus grand que 20) le gonflement se traduit surtout par une augmentation de l'épaisseur. Ainsi, dans le cas général, l'extrudat subit une augmentation de section mais aussi un changement de forme parce que le gonflement postextrusion n'est isotrope que dans le cas d'un extrudat circulaire.

Le phénomène du gonflement à été rapporté pour la première fois par le biologiste américain Barus (1893) qui l'a observé sur une colle marine particulièrement visqueuse.

L'intérêt pour le gonflement postextrusion des jets de liquides viscoélastiques est apparu vers les années cinquante. Pour étudier le phénomène, les chercheurs se sont penchés sur le cas le plus simple, c'est-à-dire le gonflement à la sortie de capillaires circulaires.

Braun et al.(1952) et Truesdell (1960) ont interprété le gonflement comme étant une conséquence naturelle de l'écoulement. D'après ceux-ci, les forces normales à l'écoulement, qui sont à leur maximum aux parois du capillaire, produiraient le gonflement lorsque les contraintes, offertes par la paroi, sont retirées.

Lodge (1958) propose un modèle où le gonflement est causé par des forces normales mais avec une approche différente. Dans son modèle, les polymères forment un réseau tridimensionnel par des liens physiques temporaires (rubberlike liquid). C'est la déformation de ce réseau qui entraîne les forces normales et ce sont ces forces qui en tentant de préserver le réseau provoque le gonflement. On nomme généralement ce type de mécanisme "la relaxation des forces normales".

En 1961, Middleman et Gavis (1961) observent un phénomène inattendu: le gonflement d'un fluide newtonien. On observe que, à un nombre de Reynolds (rapport des forces d'inertie sur les forces viqueuses) s'approchant de zéro, on obtient des gonflements en diamètre d'environ 12%. Bien que cette valeur de gonflement soit très faible relativement au gonflement des fluides viscoélastiques,

cette découverte nous force à constater que le gonflement n'est pas nécessairement entièrement attribuable à l'élasticité du fluide. Middleman et al. ont attribué le gonflement newtonien au réarrangement du profil de vitesse qui doit passer de parabolique à plat quelque part entre l'intérieur et l'extérieur du capillaire. Ils ont baptisé ce mécanisme <u>"la relaxation de profil de</u> <u>vitesse".</u>

Bagley et al (1963) montrent par leurs expériences sur du polyéthylène, que le gonflement dépend du rapport longueur/diamètre du capillaire. Ceux-ci observent que le gonflement diminue à mesure que l'on augmente le rapport L/D. Ceci est attribué à <u>"l'effet mémoire"</u>. Selon Bagley et al., l'effet mémoire provient du fait que le polymère ne perd que graduellement la configuration qu'il avait avant de pénétrer dans le capillaire. Ainsi, l'effet de la longueur du capillaire sur le gonflement est associé à l'effet du temps sur la mémoire viscoélastique du fluide.

Nakajima et Shida (1966) explique le gonflement postextrusion et l'effet mémoire en termes d'énergie élastique. Selon ceux-ci, de l'énergie est stockée élastiquement lors de l'entrée dans le capillaire à cause de l'écoulement élongationnel que subit le polymère. Cette énergie décroît pendant le temps de résidence dans le capillaire vers une valeur d'équilibre reliée à la vitesse de cisaillement dans le capillaire. A la sortie, l'énergie résiduelle reliée à l'entrée dans le capillaire ajoutée linéairement à l'énergie d'équilibre la réponse élastique, c'est-à-dire provoque le gonflement.

Nakajima et Shida définissent aussi une quantité d'énergie élastique en termes de déformation recouvrable. Ce concept s'avère utile par ses applications dans les modèles analytiques pour la prédiction du gonflement.

Richardson (1970) et Tanner (1973) énoncent un problème cinématique dans le concept de déformation recouvrable et de gonflement reliés aux forces normales. Il s'agit du fait que dans les deux cas, le fluide près des parois est déformé à la vitesse de cisaillement maximal et présente la déformation recouvrable et les forces normales maximales. Par le fait même, le fluide proche de la paroi devrait contribuer au gonflement plus que le fluide près de l'axe d'écoulement. Toutefois ceci est impossible en vertu du principe de continuité. Près de la paroi, un élément de fluide doit passer d'une vitesse proche de zéro à une vitesse finie. Cette accélération devrait causer une contraction plutôt qu'un gonflement. Par contre, un élément de fluide sur l'axe d'écoulement doit décélérer alors que le cisaillement nul sur l'axe devrait impliquer un gonflement nul. On propose donc un mécanisme à deux étapes par lequel on aurait d'abord un réarrangement des lignes de courant suivi d'un recouvrement élastique.

Tanner (1980) et Phuoc et Tanner (1980) ont observé numériquement le gonflement induit thermiquement sur un fluide newtonien viscosité dépendante à de la température. Leurs résultats numériques et théoriques montrent qu'un gradient de température perpendiculaire à l'écoulement peut causer des gonflement newtonien bien au dessus de la valeur isotherme de 13%. Tanner propose le nom de mécanisme inélastique pour ce type de gonflement. Tanner suppose que ces nouveaux résultats pourront réconcilier les résultats expérimentaux et théoriques discordants. Toutefois aucune expérience n'a pu à ce jour confirmer les résultats de Phuoc et Tanner. Aussi, il semble que le mécanisme inélastique soit l'extension non isotherme du mécanisme de relaxation de profil de vitesse déjà mentionné.

En résumé, il existe donc trois principaux mécanismes de gonflement postextrusion:

- La relaxation des contraintes reliée aux forces normales développées dans la filière,
- L'effet mémoire relié à la déformation élongationnelle que le fluide subit à l'entrée de la filière,
- Le mécanisme inélastique qui est relié à la relaxation du profil de vitesse.

Les deux premiers mécanismes sont très importants pour le cas des écoulements de polymère fondu. Les effets du troisième sont relativement négligeables par rapport aux effets élastiques et par surcroît les fluides polymériques sont rhéofluidifiants ce qui entraîne des profils de vitesse plus plats que dans le cas newtonien et donc moins de réarrangement de profil de vitesse à la sortie.

### 1.3 Influence de divers paramètres sur le

gonflement

### 1.3-1. Vitesse de cisaillement

Les résultats de gonflement, pour un polymère donné, sont pratiquement toujours rapportés en fonction de la vitesse de cisaillement à la paroi du capillaire ou de la filière  $\dot{\tau}_a$ . On observe dans tous les cas une augmentation du gonflement avec la vitesse de cisaillement. Il en va de même avec les paramètres reliés tels la contrainte de cisaillement à la paroi et le débit volumique.

En fait, le gonflement est fonction unique du cisaillement (à une température donnée) pour des filières longues. Pour les filières courtes, l'effet mémoire se fait sentir et alors, on peut présumer une influence du temps de résidence du polymère dans la filière sur le gonflement.
## 1.3-2. Rapport L/D.

Le gonflement dépend du rapport L/D (longueur / diamètre) pour les filières circulaires ou L/H (longueur / épaisseur) pour les filières rectangulaires minces. Ces rapports géométriques sont directement reliés au temps de résidence dans la filière. Pour la filière circulaire, on a la relation suivante:

$$t_r = \frac{8 (L/D)}{\gamma_a}$$
 éq. 1.3-1

Où t<sub>r</sub> est le temps de résidence et  $\dot{\gamma}_a$  est la vitesse de cisaillement apparente à la paroi, définie par:

$$\dot{\gamma}_{a} = \frac{4 \text{ Q}}{\pi \text{ R}^{3}} \qquad \text{éq 1.3-2}$$

où Q est le débit volumique et R le rayon de la filière. Ainsi, la diminution du L/D diminue d'autant le temps de résidence et augmentent la part de gonflement que l'on attribue à la mémoire viscoélastique du fluide. Bagley et al. (1963), Nakajima et Shida (1966), et Han et al. (1970) avec des filières possédant des rapport L/D entre 2 et 20 ont montré clairement que le gonflement du polyéthylène diminue en fonction du rapport L/D. Huang et White (1980) rapportent des résultats semblables pour le polypropylène et le polystyrène. On emploie, dans ce cas, des filières circulaires et rectangulaires minces de L/D ou L/H entre 0 et 20. Kumar et O'Brien (1984) rapportent la même tendance chez le poly(chlorure de vinyle) pour des L/D entre 1 et 7. Plus récemment, Meinecke et Yau (1986) ont obtenu des résultats, toujours dans le même sens, pour un polystyrène commercial, le polyisobutylène (élastomère) et pour un copolymère tribloc de polystyrène (élastomère thermoplastique).

La notion d'une valeur critique de L/D, au delà de laquelle le gonflement n'est plus influencé de façon sensible, pourrait être utile à la détermination d'un temps caractéristique du fluide. Toutefois, les résultats publiés jusqu'à maintenant ne permettent généralement pas de déterminer de telles valeurs. Les rapports L/D utilisés dépassent rarement 20, ce qui n'est pas suffisant pour observer un plateau dans la courbe gonflement en fonction de L/D.

16

1.3-3. Géométrie d'entrée

L'effet mémoire étant dû à la contraction que doit subir le fluide à l'entrée de la filière ou du capillaire, on peut se demander quel sera l'effet de l'angle d'entrée sur le gonflement pour des filières courtes.

On définit l'angle d'entrée comme étant l'angle total formé  $(2\alpha)$  par les deux parois qui précèdent l'entrée dans la filière tel qu'illustré à la figure 1.3-1.



Figure 1.3-1 Schéma d'une filière capillaire

Huang et White (1980) présentent des résultats pour le polystyrène

d'entrée jusqu'à environ 120° pour ensuite décroître. On observe donc un maximum de gonflement à un angle d'entrée de 120°. Kumar et O'Brien (1984) ont effectué des expériences semblables sur le poly(chlorure de vinyle) et ont observé un maximum de gonflement à des angles d'entrée de 60°. Ceci semble indiquer que la contraction que subit le polymère en pénétrant dans le capillaire est reliée à la géométrie d'entrée.

Le problème de l'écoulement dans une contraction entre un réservoir et un capillaire est très complexe. La présence d'écoulements de recirculation a été noté chez certains polymères et pourrait jouer pour modifier l'intensité de la contraction subie par le polymère.

## 1.3-4. Température

L'augmentation de la température a généralement l'effet de diminuer les valeurs de temps caractéristiques des polymères. On pourrait donc, à priori, s'attendre à l'augmentation température diminue ce que de le gonflement relié à l'effet mémoire. En pratique, toutefois, il n'y a pas vraiment de consensus sur l'effet de la température. Nakajima et Shida (1966) trouvent que lorsque l'on exprime le gonflement en fonction de la vitesse de cisaillement, on élimine la dépendance de la température chez le polyéthylène. Graessley al. et (1970) remarquent toutefois que l'augmentation de la température diminue le gonflement pour le polystyrène à même vitesse de cisaillement. Racin et Boque (1979) trouvent que l'on peut éliminer la dépendance de la température en exprimant le gonflement en fonction de la contrainte de cisaillement. Romanini et Pezzin (1980) arrivent à la même conclusion pour six polypropylènes de masse moléculaire diférente.

Gomez (1984) présente des résultats sur le gonflement du poly(chlorure de vinyle) qui augmente avec la température. Ainsi, il semble que l'effet de la température soit différent d'un polymère à l'autre même si dans tous les cas l'augmentation de la température a l'effet de diminuer le temps caractéristique du fluide. Ceci indique que le gonflement n'est pas toujours une mesure représentative de l'élasticité du polymère (Utracki, 1986). 1.3-5 Structure moléculaire

La structure moléculaire d'un polymère est à la base de ses propriétés rhéologiques. On peut donc se demander quel sera l'effet de la masse moléculaire moyenne en poids (Mw) et de la polydispersité (Mw/Mn) sur le gonflement postextrusion d'un même polymère.

Pour le polystyrène, le gonflement augmente avec la masse moléculaire moyenne et la polydispersité (Graessley et al., 1970; Vlachopoulos et al., 1972; Racin et Bogue, 1979).

Toutefois Yamane et al. (1978) et Romanini et al. (1980) ont observé pour le polypropylène la tendance inverse: c'est-à-dire la diminution du gonflement avec l'augmentation de la masse moléculaire moyenne.

Pour le polyéthylène haute densité, Rogers (1970) a observé l'augmentation du gonflement avec la masse moléculaire et la polydispersité, mais l'inverse a ensuite été observé par Mendelson et Finger (1975). Les travaux de Koopsmans (1988) semblent toutefois réconcilier les observations opposées puisque celui-ci observe un maximum dans la relation gonflement - masse moléculaire. Ainsi, le gonflement augmenterait jusqu'à une certaine masse moléculaire pour ensuite commencer à diminuer.

Le polyéthylène basse densité diffère de celui à haute densité par la fréquence et la longueur des ramifications sur la chaîne principale du polymère. Mendelson et Fingers (1973) ont observé une diminution du gonflement avec l'augmentation de la fréquence de longues ramifications. Toutefois, les expériences ultérieures de Wild et al. (1976), de Rokudai (1981) et de Hamielec et Vlachopoulos (1983) montrent la tendance inverse, c'està-dire l'augmentation du gonflement avec la fréquence de longues ramifications. Hamielec et al. remarquent aussi que la tendance est plus marquée pour des rapports L/D plus petits. Ils en concluent que l'enchevêtrement supplémentaire causé par les ramifications longues jouent un rôle plus important dans le mécanisme de l'effet mémoire que sur celui de la relaxation des forces normales.

1.3-6. Durée de la relaxation

Le gonflement postextrusion ne se produit évidemment pas instantanément. C'est donc dire que le temps entre l'extrusion et la mesure peut influencer la valeur mesurée de gonflement. De façon générale, plus de 90% du gonflement se produit dans la seconde suivant l'extrusion. Toutefois, si l'extrudat est libre de toutes contraintes extérieures, il peut continuer de gonfler pendant une période de l'ordre de la minute.

Peu de chercheurs se sont penchés sur la dynamique du gonflement. Les résultats de Utracki et al.(1975), obtenus à l'aide d'un rhéomètre capillaire monté sur un bain d'huile de silicone, montrent l'évolution du gonflement qui est suivi au moyen d'une caméra. Trois polymères sont testés (PS, PE, PVC) et dans les trois cas le gonflement maximal est atteint en moins de 30 secondes.

Kalyon et Kamal (1986) montrent que pour différents polyéthylènes haute densité un temps de plus de 5 minutes est nécessaire pour l'obtention du gonflement maximal. Toutefois, les changements observés après 3 minutes sont relativement mineurs (environ 3% de différence entre les diamètres à 3 minutes et à 10 minutes). 1.4 Modèles pour la prédiction du gonflement

Il y a deux grandes classes de modèles pour prédire le gonflement: les modèles analytiques et les modèles numériques. Les modèles analytiques sont, pour la plupart, basés sur le concept de déformation recouvrable  $\gamma_r$  et ne sont généralement valides que pour le cas du gonflement à la sortie d'une filière de section circulaire. Les modèles numériques procèdent par la résolution numérique des équations rhéologiques qui décrivent l'écoulement du fluide étudié et sont applicables à n'importe quelles géométries.

24

1.4-1 Modèles analytiques

La majorité des modèles développés jusqu'à maintenant utilise le concept de déformation recouvrable. Celle-ci est une mesure de l'énergie élastique contenue dans un fluide. On définit la déformation recouvrable à la paroi  $\gamma_r$  à partir de la loi de Hooke de la façon suivante:

$$\gamma_{r} = \frac{(\sigma_{11} - \sigma_{22})_{W}}{2(\sigma_{12})_{W}} = \frac{N_{1W}}{2(\sigma_{12})_{W}} \quad \text{éq 1.4-1}$$

où  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  sont les contraintes normales dans la direction de l'écoulement et du cisaillement respectivement.  $\sigma_{12}$  est la contrainte de cisaillement. N<sub>1</sub> est la première différence de forces normales. L'indice w indique que toutes ces quantités sont mesurées à la paroi. Stratton et al. (1971) ont vérifié expérimentalement que l'équation 1.4-1 s'applique pour des polymères fondus à faibles vitesses de déformation.

Pour relier  $\gamma_r$  au gonflement postextrusion d'un extrudat circulaire, plusieurs expressions ont été développées. La liste des plus courantes est présentée au tableau 1.4-1. Le terme B dans cette liste est le gonflement en diamètre égal à d/D. Une liste plus complète de ces expressions est présentée par Yang et Lee (1987). On peut ajouter à cette liste le récent modèle de Chiu et Shyu (1988) pour un fluide de Criminate, Erickson, Filbey (CEF) qui fait intervenir implicitement la déformation recouvrable et le ratio de gonflement B.

Tableau 1.4-1: Modèles pour la prédiction du gonflement à partir de la déformation recouvrable.

Modèle

Référence

$\gamma_{\rm r} = {\rm B}^2 - {\rm B}^{-4}$	Nakajima et Shida (1966)
$\gamma_{r} = 2 (B^{6} - 1)$	Tanner (1970)
$\gamma_{r}^{2} = 6 B^{2} \ln(B)$	Mendelson et Finger (1970)
$\gamma_{r}^{2} = 3(B^{4} + 2B - 3)$	Vlachopoulos et al. (1972)
$B^4 - B^{-2} = \sigma_w / 2G$	Vlcek (1982)

Vlachopoulos et al (1972) ont fait la revue des modèles de déformation recouvrable et comparent ces modèles à des résultats expérimentaux obtenus sur des polystyrènes de poids moléculaires divers. Ils notent d'abord que l'évaluation indépendante de la déformation recouvrable est très difficile. On procède généralement par une des trois méthodes suivantes:

1) En extrapolant les résultats de déformation recouvrable obtenus (à partir de  $N_1$  et de  $\sigma_w$ ) sur rhéomètre rotatif à faible vitesse de déformation (i.e. moins que 1s<sup>-1</sup>).

2) En évaluant la déformation recouvrable à partir de la correction d'entrée dans la filière et en déduisant la quantité d'énergie qui est stocké élastiquement.

3) En évaluant la pression de sortie qui peut être reliée plus ou moins facilement à la déformation recouvrable.

Selon la méthode utilisée, un ordre de grandeur peut séparer les valeurs de déformation recouvrable obtenues. Ainsi, même les résultats expérimentaux (provenant de sources diverses) ne sont pas confondus en une courbe unique de gonflement en fonction de la déformation recouvrable. On remarque toutefois qu'à faible déformation recouvrable les courbes expérimentales convergent vers la valeur limite du gonflement newtonien (ie. environ 1.1). Les modèles possèdent aussi cette caractéristique et sont donc proches de l'expérience pour les faibles déformations recouvrables.

D'après Utracki et al.(1975), le modèle de Tanner, basé sur un modèle rhéologique de type K-BKZ, est celui qui s'accorde le mieux aux résultats expérimentaux.

D'autres modèles, ne faisant pas intervenir la déformation recouvrable, ont été développés à partir d'équations rhéologiques viscoélastiques linéaires, de bilans de matière, de quantité de mouvement et d'énergie mécanique et de plusieurs hypothèses simplificatrices. Malgré toutes les simplifications les modèles résultants sont d'une grande complexité et malheureusement ils ne peuvent prédire que qualitativement le gonflement.

Pearson et Trottnow (1978) ont développé un modèle à partir d'équations rhéologiques de Lodge-Maxwell et dont les résultats s'approchent de ceux du modèle de Tanner.

Leonov et Prokunin (1984) utilisent une version simplifiée de l'équation constitutive de Leonov (Leonov et al. 1980) pour décrire la situation du gonflement et de l'étirement simultanés. Les résultats théoriques ne sont pas particulièrement près des résultats expérimentaux mais tout de même qualitativement corrects. Dans tous les cas, ces modèles analytiques se limitent au cas de filières circulaires. Huang et White (1979 et 1980) ont étendu l'analyse de Tanner au cas des filières rectangulaires minces.

Central Terrari Mene

Ces expressions nécessitent toujours l'extrapolation de propriétés viscoélatiques linéaires à une plage de vitesse de déformation dans laquelle les modèles viscoélastiques linéaires ne sont plus valables. Il est donc entendu qu'il faut utiliser ces modèles avec réserve.

En pratique, aussi, les filières sont de longueur finie et relativement courte ce qui complique le problème. Dans ce cas, la prédiction du gonflement strictement à partir de propriétés viscoélastiques n'a pas encore été réalisée.

# 1.4-2 Modèles numériques

La méthode des éléments finis a été utilisée pour la simulation numérique du gonflement. Cette méthode permet de résoudre numériquement des systèmes d'équations différentielles partielles tel que les équations du mouvement et les équations constitutives.

Plusieurs difficultés particulières surgissent dans le cas de la simulation du gonflement postextrusion. D'abord, il s'agit d'un problème à surface libre. Ainsi, on ne connait pas à priori le géométrie de l'extrudat. Tanner (1973) et Nickell et al. (1974) ont rapidement résolu ce problème en utilisant un algorithme itératif qui corrige le domaine jusqu'à l'obtention de vitesses normales nulles à la surface libre de l'écoulement. Une difficulté plus importante est l'utilisation d'équations rhéologiques viscoélastiques. Ceci complique beaucoup la formulation du problème (nouveaux inconnus  $\sigma_{ii}$ , problèmes non-linéaires) et amène des problèmes de convergence à des nombres de Deborah élevés. Le nombre de Deborah  $(De=\tau\gamma)$  est une mesure de l'effet de l'élasticité sur l'écoulement. Crochet et Keuning (1980, 1982-a) ont simulé le gonflement d'un fluide de Maxwell jusqu'à De=1.25. Crochet Keuning (1982-b) ont simulé et

l'écoulement d'un fluide de Oldroyd-B jusqu'à De≈4. Caswell et al (1982), Mitsoulis et al. (1984 et 1985) ont simulé le gonflement fluide de Oldroyd-B et de d'équations viscoélastiques simplifiés jusqu'à Deborah Récemment, et Crochet (1987) égal à 5. Marshal semblent avoir résolu la limitation de l'élasticité par un schéma de résolution particulièrement complexe. D'après ceux-ci, les problèmes numériques reliés aux problèmes viscoélastiques sont, dans l'ensemble, résolus. Ainsi l'absence de modèles rhéologiques relativement simples pouvant représenter correctement le comportement viscoélastique des polymères fondus serait maintenant la limitation principale pour que la simulation du gonflement donne des résultats concordant avec l'expérience.

31

# <u>1.5 Situation actuelle de la conception de filière</u> <u>d'extrusion</u>

Pour la situation de l'extrusion de profilés complexes, il n'existe pas encore de modèles théoriques ou numériques qui permettent de prédire avec la précision voulue les dimensions finales d'un profilé. Ainsi la conception de filières se fait toujours par essais et erreurs.

Plus que les changements de dimensions, ce sont les changements de forme qui compliquent la conception. L'aire de la section du profilé peut facilement être réglée par l'ajustement de la vitesse d'étirement pour un débit donné. La forme, c'est-à-dire les rapports entre des dimensions caractéristiques du profilé, est plus difficile à prédire. Pour un profilé à paroi mince par exemple, le gonflement augmente relativement plus l'épaisseur que la largeur et modifie donc le ratio largeur sur épaisseur. Il n'est pas clair, non plus, quel est l'effet d'un étirement sur la forme.

Quelques chercheurs se sont penchés sur les changements de forme des profilés. Griffith et Tsai (1980) ont étudié les déformations durant l'étirement et le refroidissement de profilés rectangulaires, triangulaires et en forme de T. Leurs résultats sont obtenus à des ratios d'étirement faibles mais montrent tout de même des déformations anisotropiques durant l'étirement.

Stevenson (1985) a défini des facteurs de forme et de section utiles pour la représentation des changements de forme durant l'étirement. Il considère que le gonflement et l'étirement du profilé sont consécutifs et indépendants et que l'étirement se fait de façon isotrope à partir d'une certaine distance de la filière où le gonflement d'équilibre a eu lieu. Il relie aussi le gonflement et la forme du profilé à la pression en amont de la filière.

Stevenson, Lee et Griffith (1986) élaborent le "contrôle multidimensionnel" en extrusion de profilés. Ceci consiste à premièrement contrôler l'aire de section en ajustant la vitesse de traction par rapport au débit de l'extrudeuse, et, deuxièmement, à contrôler la forme du profilé soit en modifiant la température du polymère extrudé, soit en modifiant la température de la filière. Cette stratégie permet de modifier des facteurs de forme (ratio de dimensions caractéristiques du profilé) jusqu'à 10%. Ceci permet un certain jeu pour la conception de la filière d'extrusion.

Yang (1987) a réalisé le contrôle en boucle fermée des dimensions en extrusion de profilé. Outre le changement de vitesse de traction pour obtenir l'aire de section voulue, le contrôle se fait en variant la température de la filière uniquement. De faibles changements de forme peuvent être effectués de cette façon. Les résultats expérimentaux de Yang (1986,1987) sur l'influence de la température de la filière sur le gonflement et sur l'écoulement du polystyrène dans une filière ont servi de base pour l'élaboration de la stratégie de contrôle.

Essentiellement, le contrôle multidimensionnel, en jouant sur le débit et la température, permet de maintenir certaines dimensions à proximité des dimensions de consigne. Toutefois, il faut, avant tout, que le design de la filière d'extrusion permette d'obtenir les dimensions et la forme voulues. La piètre connaissance du phénomène du gonflement fait que la conception de filière doit se faire, généralement, en considérant (Michaeli, 1984):

- un facteur de gonflement constant que l'on applique isotropiquement sur la section du profilé,
- 2) un facteur d'étirement basée sur l'expérience des concepteurs,
- 3) un facteur de retrait que l'on considère isotrope et qui est évalué à partir d'un diagramme PVT.

Sauf pour le retrait, ces facteurs proviennent essentiellement de l'expérience des concepteurs. Ceci entraîne que tous changements de polymère, de conditions d'opération ou de géométrie de filière hors du domaine d'expérience du concepteur entraînent nécessairement des itérations suplémentaires dans le cycle d'essais et erreurs déjà relativement long qui doit mener au design final de la filière.

# 2 Objectifs

Le but de la présente recherche est d'une part de déterminer l'influence de divers paramètres d'opération sur le gonflement postextrusion d'équilibre de thermoplastiques et, d'autre part d'étudier l'effet des conditions de mise en oeuvre sur les dimensions et la forme d'un profilé rectangulaire simple en PVC rigide.

Les objectifs spécifiques sont les suivants:

1) Déterminer l'effet de paramètres d'opération tels le débit, la température, la vitesse et la contrainte de cisaillement et le temps de résidence dans la filière sur le gonflement d'équilibre d'un extrudat circulaire plastifié dans une extrudeuse.

2) Déterminer l'effet de paramètres géométriques de la filière tel le ratio L/D (longueur / diamètre), la contraction et l'angle d'entrée dans la filière sur le gonflement d'équilibre d'un extrudat circulaire.

3) Etudier la dynamique du gonflement en présence d'étirement en déterminant le profil de diamètre d'un extrudat circulaire soumis à une force de traction. 4) Déterminer l'effet de l'étirement, du débit et de la température d'extrusion sur les dimensions et la forme d'un profilé rectangulaire en PVC rigide.

#### 3 Méthode expérimentale

#### 3.1 Matériaux utilisés

Deux polymères différents ont été utilisés:

1) Un composé commercial de Poly(Chlorure de vinyle) (PVC) rigide de la compagnie B.F. Goodrich (Geon Rigid PVC, #85857). Ce composé contient 80% en poids de résine de PVC qui possède une "valeur K" de 67. Ce composé, à haute résistance à l'impact, est destiné à l'extrusion de profilés et de feuilles.

2) Un polyéthylène haute densité (HDPE) de la compagnie Dupont (Dupont, PE Sclair, 16A). La densité (ASTM 1505) est de 0.946 g/ml et l'indice de fluidité ("melt index", ASTM 1238) est de 0.25 (g/ 10min.).

Ce polyéthylène est généralement utilisé pour la production de pellicule servant à la fabrication de sacs de petites dimensions.

Nous avons choisi le PVC rigide parce que ce thermoplastique est abondamment utilisé en extrusion de profilés. Le HDPE, lui, est un polymère d'une morphologie simple et qui a été l'objet dans la littérature de plusieurs études sur le gonflement et sur les propriétés rhéologiques.

# 3.2 Caractérisation rhéologique

## 3.2-1 Appareils de mesure

Quatre instruments ont été utilisés pour déterminer diverses propriétés rhéologiques des polymères fondus.

Un rhéomètre capillaire a été utilisé pour déterminer la viscosité à des vitesses de cisaillement  $\gamma$ situées entre 1 et 200 s<sup>-1</sup>.

Une extrudeuse avec un jeu de filières circulaires a été utilisée pour déterminer la viscosité à des vitesses de cisaillement situées entre 300 et 4000 s<sup>-1</sup>.

Un rhéomètre rotatif à contrainte constante (R.S.R.) a été utilisé pour déterminer la viscosité à très basse contrainte de cisaillement (entre 300 et 3000 Pa) et pour déterminer le module de complaisance et les temps de relaxation des polymères fondus.

Et finalement, un rhéomètre rotatif à déformation programmable (R.M.S.) a été utilisé pour déterminer la viscosité dynamique, le module de stockage G' et le module de perte G'' à des fréquences en cisaillement situées entre 0.1 et 100 s<sup>-1</sup>.

Chacun de ces appareils sont décrits par Dealy (1982). Nous nous limitons donc ici à une brève description des expériences.

# a) Rhéomètre capillaire

Des mesures de viscosité ont été effectuées avec un rhéomètre Instron standard. L'instrument est chauffé préalablement à l'expérience pendant un minimum d'une demi-heure. L'enregistreur est ensuite mis à zéro et calibré. Des granules de polymère sont introduits dans le baril et lentement compactés pour enlever toute présence d'air dans le polymère. Après une dizaine de minutes de chauffage, le moteur de l'appareil est mis en marche et le polymère est poussé à vitesse constante par un piston de façon à obtenir un débit constant et connu dans le capillaire. La force nécessaire à l'entraînement du piston est mesurée par une cellule montée au-dessus du piston.

Le contrôle de température est effectué sur le polymère contenu dans le baril à ±1° C. Des capillaires de 1.27mm de diamètre et de L/D de 40, 20 et 10 ont été utilisés. La viscosité est déterminée à l'aide des équations pour l'écoulement d'un fluide newtonien puis est corrigés pour les effets d'entrée par la correction de Bagley et pour la pseudoplasticité par la correction de Rabinowitsch.

# b) Extrudeuse

Une extrudeuse (décrite à la section 3.3-1) et des filières circulaires ont été utilisées pour des mesures semblables à celles effectuées en rhéométrie capillaire. L'utilisation d'une extrudeuse a permis des mesures de viscosité à hautes vitesses de cisaillement.

Le débit volumique dans la filière est calculé à partir du débit massique et de la densité du polymère fondu. La pression en amont de la filière est mesurée directement à l'aide d'un capteur de pression à ±0.1 MPa. La température du polymère est mesurée directement à l'aide d'un thermocouple en contact avec le polymère en amont de la filière. On obtient la température de polymère voulue, pour une expérience, en modifiant au besoin les températures de consigne sur le baril de l'extrudeuse. Les températures de consigne pour la filière sont les mêmes que cette température de polymère.

L'extrusion est effectuée (sans changement de conditions d'opération) pendant une quinzaine de minutes préalablement à chaque mesure pour assurer l'obtention du régime permanent. Le diamètre des filières circulaires est de 3.25 mm et les L/D sont de 23.6, 15.6, 9.8 et 3.9. La géométrie d'entrée dans la filière est une contraction 4:1 avec un angle d'entrée  $2\alpha$  de 180°.

Les résultats ont aussi subi les corrections de Bagley et de Rabinowitsch.

# c) Rhéomètre rotatif à contrainte constante (R.S.R.).

Un rhéomètre Reometrics à contrainte programmable a été utilisé pour effectuer des expériences de fluage et de recouvrance, à diverses températures. La géométrie plaque-plaque de 12.5mm de rayon a été utilisée. Les échantillons de polymère d'une épaisseur variant entre 1.5 et 2 mm ont été moulés par compression. L'expérience de fluage consiste en la déformation à contrainte de cisaillement constante pendant un temps suffisamment grand pour obtenir un régime permanent (ie. vitesse de cisaillement constante) L'expérience de recouvrance est subséquente au fluage et consiste en l'arrêt instantané de la contrainte de cisaillement et l'observation de la déformation. L'expérience de fluage et de recouvrance est illustré à la figure 3.2-1.



Figure 3.2-1 Expérience de fluage - recouvrance.

<u>d) Rhéomètre rotatif à deformation programmable (R.M.S.-</u> 800)

Le rhéomètre Reometrics à déformation programmable R.M.S. modèle 800 de l'Institut de Génie des Matériaux (I.G.M.) a été utilisé pour mener des expériences dynamiques d'oscillation en déformation (en cisaillement). Les plaques et échantillons sont de mêmes dimensions que pour le R.S.R. . L'expérience dynamique consiste à imposer une déformation sinusoïdale de fréquence et d'amplitude données et à mesurer l'amplitude et le déphasage de la contrainte. L'expérience est illustrée à la figure 3.2-2.



Figure 3.2~2 Expériences dynamiques.

## 3.2-2 Viscosité

Les résultats de viscosité sont présentés aux figures 3.2-3 et 3.2-4 pour le PVC et aux figures 3.2-5 et 3.2-6 pour le HDPE. Les appareils de mesure utilisés pour chacune des courbes sont indiqués sur les figures. On se doit de mentionner que les viscosités mesurées par le R.M.S sont les viscosités dynamiques (ou complexe)  $\eta^*(\omega)$ . Toutefois, les expériences de Cox et al. (1958) ont montré que la viscosité complexe est approximativement égale à la viscosité mesurée en régime permanent pour les polymères fondus.

Il convient ici d'ouvrir une parenthèse sur la structure particulière du PVC. Le PVC rigide possède une température de transition vitreuse  $T_g$  d'environ 80°C. Un faible pourcentage de cristallinité persiste jusqu'à des températures d'environ 210°C (Utracki, 1974 et 1986). Selon Guerrero et Keller (1981), le PVC est constitué d'une phase amorphe et d'un reseau tridimensionnel crystallin dont les points de jonction sont des crystaux de type micelle. Emprisonné dans ce réseau se trouverait également des crystaux de type lamellaire. En plus de cette structure crystalline qui persiste aux températures de mise en forme (ie. 170 à  $190^\circ$ C), Summers et Rabinovich

(1981) ont montré que le PVC possède une morphologie particulaire. Ils observent la présence de domaines crystallins d'une dimension d'environ 0.01  $\mu$ m. A un niveau de structure supérieur, on retrouve la particule primaire dont la taille correspond à celle des gouttes de monomère lors de la polymérisation. Ces particules sont regroupées en grain de 150 µm de diamètre. Ces grains possèdent une "peau" homogène de 0.5 à 5  $\mu$ m d'épaisseur. La partie interne est formée de particules primaires et d'agglomérats de particules primaires. Summers et al. pas d'interaction entre montrent qu'il n'y a les particules primaires si les températures sont inférieures à 215°C. Sous cette température, ils attribuent au PVC le comportement d'un polymère légèrement réticulé. Utracki comportement de polymère (1986), lui, attribue un légèrement réticulé au PVC rigide jusqu'à une température de 185°C environ. Entre 185 et 210°C, il attribue au PVC un comportement de polymère chargé dont la "charge" serait fonction de la température. On voit donc que la rhéologie du PVC, aux températures normales de mise en forme est plutôt complexe.

A la figure 3.2-3, on présente la courbe de viscosité du PVC à 190°C dans une plage étendue de vitesses de déformation. On note que la région de

46

cisaillement entre un millième et un dizième de s<sup>-1</sup> demeure inexplorée faute d'instrument de mesure adapté. Un examen attentif des résultats sur R.M.S. permet de distinguer un certain fléchissement de la courbe de viscosité aux vitesses de cisaillement entre 0.1 et 100 s<sup>-1</sup>. Les mesures du R.S.R. semblent indiquer l'existence d'un plateau newtonien avec  $\eta_o$  égal à environ 30 MPa.s. Cette valeur est extrêmement élevée pour un polymère fondu. Ceci est dû à la faible réticulation crystalline qui persiste à 190°C. Les viscosités newtoniennes du PVC sont de l'ordre de 10<sup>4</sup> Pa.s à des températures supérieures à 220°C.

L'extrapolation à 190°C des résultats d'Utracki (1974) (obtenus pour T>200°C avec un Rhéomètre de type Weissenberg, pour un composé à 80% de PVC et de valeur K comparable à notre résine) indique une viscosité newtonienne de l'ordre de 10<sup>7</sup> Pa.s ce qui est en accord avec nos résultats sur R.S.R.

On remarque que les résultats du R.M.S. et du rhéomètre capillaire sont décalés et de pentes différentes dans la plage de cisaillement commun entre 1 et 100 s<sup>-1</sup>. De plus les résultats obtenus avec l'extrudeuse sont également décalés par rapport aux prolongement des résultats du R.M.S..

Quelques explications sont proposées pour expliquer différences. D'abord, il y a le contrôle de ces température qui diffère entre le viscosimètre rotationnel et les instruments d'extrusion. Dans le R.M.S., on a une lecture à peu près directe de la température du polymère via un thermocouple qui est en contact avec la plaque fixe de l'appareil. Dans le rhéomètre capillaire, par contre, on contrôle la température du polymère dans le baril en amont du capillaire. Dans le capillaire, le polymère s'échauffe par dissipation visqueuse. Ainsi la température du polymère dans l'expérience du rhéomètre capillaire et de l'extrudeuse est sous-estimée. Dans le cas présent, la température peut jouer un rôle particulièrement important car la viscosité du PVC est une forte fonction de la température aux températures inférieures à 210°C (Utracki,1974).Ceci est un premier élément pouvant expliquer le décalage vers le bas des courbes de viscosité obtenues par rhéométrie capillaire.

Dans le cas du PVC, il est aussi possible que le cisaillement intense subi dans l'extrudeuse modifie sa rhéologie. Un tel effet a déjà été observé par Villemaire (1983) pour le PVC. Quant à la pente différente de la courbe obtenue avec le rhéomètre capillaire, ceci peut s'expliquer par un effet de pression qui est absent dans le R.M.S. et qui est moins important dans l'extrudeuse. Les mesures dans le R.M.S. sont obtenues à pression atmosphérique alors que la pression en amont du capillaire augmente à mesure que l'on augmente le débit volumique. Ainsi les premiers points sont obtenus avec une pression de 3 MPa (env. 30 atm.) alors que les points à cisaillement maximal sont obtenus avec des pressions de 70 MPa (env. 700 atm.). La viscosité est une fonction faiblement croissante de la pression. L'effet de pression dans notre cas a un effet préférentiel sur les points à cisaillement élevés ce qui tend donc à augmenter la pente (ie. la rendre moins négative).

Dans l'extrudeuse, les pressions en amont de la filière atteignent au maximum environ 20 MPa. Les effets de pression sont donc moins importants que pour le rhéomètre capillaire. De ce fait, on observe, pour les résultats de l'extrudeuse, une pente semblable à celle des résultats du R.M.S.

Nakajima et Collins (1978) ont observé que la viscosité du PVC, à faibles vitesses de cisaillement,

augmente avec le temps de résidence dans le baril du rhéomètre capillaire. Dans notre cas, les mesures de rhéométrie capillaire ont été faites en ordre croissant de débit. Il est possible que le faible temps de résidence dans le baril ait pu diminuer les viscosités mesurés pour les basses vitesses de cisaillement. Ceci pourrait contribuer a expliquer la pente différente des points obtenus par rhéométrie capillaire.

A la figure 3.2-4 on retrouve, pour une plage de vitesses de cisaillement plus limitée, les courbes de viscosité à diverses températures. On note un effet important de la température sur la viscosité mesurée par rhéomètre capillaire (entre 20 et 40% de diminution par augmentation de  $10^{\circ}$  C).

A la figure 3.2-5 on retrouve la courbe de viscosité du HDPE à 190°C pour une plage étendue de cisaillement. On observe clairement une zone linéaire de loi de puissance suivi d'une longue zone de transition, aux vitesses de cisaillement situées entre 10 et 0.01 s<sup>-1</sup>, puis du plateau newtonien. La valeur de la viscosité newtonienne approche 10<sup>5</sup> Pa.s ce qui est relativement faible par rapport à la viscosité newtonienne du PVC qui était d'environ 3x10<sup>7</sup> Pa.s.

50
Le décalage entre la courbe obtenue par rhéométrie rotationnelle et celle obtenue par rhéométrie capillaire est toujours présent mais moins important que dans le cas du PVC. Ceci est conforme à l'explication du décalage par effet de température puisque d'une part le HDPE est beaucoup moins visqueux et donc s'echauffe moins par dissipation visqueuse, et d'autre part parce que le PEHD est moins sensible à l'effet de la température (diminution de 10% par augmentation de 10°C).

De plus la pression en amont de la filière est inférieure à celle enregistrée pour le PVC à même débit volumique. Donc l'effet de pression est moins important pour le HDPE.

Sur la figure 3.2-6, on présente la viscosité à diverses températures pour une plage réduite de vitesses de cisaillement. On voit, encore une fois, que l'utilisation des résultats extrapolés de viscosité obtenus avec aussi bien le rhéomètre capillaire que le R.M.S. conduisent à la surévaluation des pertes de pression dans la filière d'extrusion aux cisaillements élevés.



Figure 3.2-3 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PVC à 190°C pour une plage étendue de vitesses de cisaillement.



Figure 3.2-4 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PVC à diverses températures.



Figure 3.2-5 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PE à 190°C pour une plage étendue de vitesse de cisaillement.



Figure 3.2-6 Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour le PE à diverses températures.

3.2-3 Propriétés en fluage et recouvrance.

Des courbes de fluage et de recouvrance pour le PVC et le HDPE sont présentées aux figures 3.2-7 et 3.2-8. Ces courbes sont obtenues pour une contrainte imposée de 3000 Pa à une température de 200°C.

On remarque que les comportements des deux polymères sont très différents. Pour le PVC, plus de 1000 secondes sont nécessaires à l'obtention du régime permanent de déformation et 1600 secondes supplémentaires ne permettent pas à l'échantillon de relaxer complètement. Nous sommes, ici, limités dans le temps d'expérience par la dégradation thermique de l'échantillon. Dans le cas du HDPE, le régime permanent est atteint en quelques dizaines de secondes seulement. On note aussi que la déformation encourue par le HDPE est plus importante (30 au lieu de 1.5) et ce pour un temps de fluage plus court.

Les résultats obtenus avec le rhéomètre R.S.R., pour diverses températures et contraintes de cisaillement, sont présentés au tableau 3.2-1.  $\sigma_0$ représente la contrainte imposée,  $\dot{\gamma}$  est la vitesse de cisaillement,  $\eta$  est la viscosité,  $J_0^e$  est le module de complaisance,  $\tau_1$  et  $\tau_2$  sont les temps de relaxation du modèle de Maxwell calculés respectivement à partir de  $\gamma_0$ 



Figure 3.2-7 Expérience de fluage - recouvrance pour le PVC à 200°C pour une contrainte de 3000 Pa.



Figure 3.2-8 Expérience de fluage - recouvrance pour le HDPE à 200°C pour une contrainte de 3000 Pa.

et de  $\gamma_r$  (la déformation recouvrable). Ces termes sont définis à la figure 3.2-1.

On note d'abord que les vitesses de cisaillement mesurées pour le PVC sont de 100 à 1000 fois plus faibles que ceux du HDPE à cause sa plus grande viscosité. Les viscosités obtenues pour les deux polymères semblent se situer près du plateau newtonien (voir figures 3.2-3 et 3.2-5).

	σ <sub>0</sub>	γ	η	γ <sub>r</sub>	<sup>τ</sup> 1	$\tau_2$	Je
	(Pa)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa.s)		(s)	(s)	(1/Pa)
HDPE							
190° C	300	3.2E-3	9.3E4	0.25	44	80	4.7E-4
	600	6.9E-3	8.6E4	0.38	29	55	3.3E-4
	1E3	1.1E-2	8.4E4	0.51	21	46	2.5E-4
	3E3	4.8E-2	6.3E4	0.82	6	17	9.3E-5
2000 0	200	2 7 5 2	0 2 7 4	0 20	27	E A	2 2 - 4
200-0	300	3./E-3	8.2E4	0.20	27	54	3.3E-4
	600	7.4E-3	8.0E4	0.36	20	49	2.5E-4
	TE3	1.5E-2	6.5E4	0.45	13	30	2.0E-4
	3E3	5.1E-2	5.8E4	0.66	6	13.,	1.0E-4
PVC					x10 <sup>-3</sup>	x10 <sup>2</sup> 3	
180° C	600	5.6E-6	1.1E8	0.016	3.9	2.8	3.7E-5
	1E3	9.4E-6	1.1E8	0.021	2.5	2.2	2.4E-5
190° C	600	2.1E-5	2.8E7	0.03	1.3	1.3	4.6E-5
	1E3	3.0E-5	3.3E7	0.04	1.6	1.4	4.7E-5
	3E3	1.3E-4	2.3E6	0.17		1.3	
2000 G	600	1 0 1 4	C OBC	0 00	1 0	0 0 0	1 75 4
200°C	600		6.UE6	0.08	1.0	0.82	1./E-4
	TE3	1.85-4	5.6E6	0.14	0.9	0.80	1.6E-4
	3E3	5.3E-4	5.7E6	0.50	1.1	0.89	2.6E-4

Tableau 3.2-1: Résultats des tests de fluage et de recouvrance.

On remarque que l'effet de la température sur la viscosité  $\eta$  du PVC est très grande. On a une diminution par un facteur 4 pour chaque augmentation de 10°C. C'est une diminution beaucoup plus importante que pour le HDPE. Ceci est dû à la disparition progressive de la cristal-linité et de la structure particulaire du PVC.

Pour le PVC, les expériences sont menées à très faibles vitesses de cisaillement (10<sup>-6</sup> à 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>). Ceci nous permet d'observer des propriétés rhéologiques presque constantes (i.e. viscoélasticité linéaire). Le temps caractéristique du PVC, de l'ordre du millier de secondes, est exceptionnellement élevé. Il semble donc que le PVC, à ces faibles déformations se comporte comme un fluide extrêmement élastique. Ceci est relié à la faible réticulation d'origine cristalline qui persiste dans le PVC et qui est particulièrement apparente à ces faibles déformations.

Les temps de relaxation du HDPE sont beaucoup plus faibles que ceux du PVC et ont été obtenus à des vitesses de cisaillement plus élevées. On remarque que le temps de relaxation diminue en fonction de la vitesse de la zone de viscoélasticité linéaire. Le temps de relaxation du HDPE est de l'ordre de 10s ce qui se compare bien aux résultats obtenus sur R.M.S qui sont présentés à la section suivante.

Il est intéressant de voir qu'aux faibles contraintes de cisaillement, on a une recouvrance élastique plus importante pour le HDPE que pour le PVC. L'expérience de recouvrance élastique est analogue à l'expérience de gonflement postextrusion dans le sens qu'une contrainte est appliquée, maintenue puis relachée. La réponse élastique est la recouvrance ou le gonflement postextrusion selon le cas.

On note que le temps de relaxation décroît avec la température pour les deux polymères et que la tendance est plus prononcée pour le PVC. 3.2-4 Propriétés dynamiques

Les propriétés dynamiques ont été obtenus avec le rhéomètre rotationnel R.M.S. en mode oscillatoire. Les résultats principaux sont le module de stockage G' et le module de perte G'' tels que définis à la figure 3.2-2. Ces résultats sont présentés à la figure 3.2-7.

On remarque d'abord que les modules G' et G'' sont des fonctions croissantes de la fréquence d'oscillation de la déformation. On note ensuite que les modules du PVC sont supérieurs à ceux du HDPE à cause de la plus grande viscosité du premier.

On constate que le rapport G''/G' (=tan  $\delta$ ) diminue avec la fréquence pour le HDPE alors qu'il est stable pour le PVC. Le rapport G''/G' représente le rapport entre l'énergie dissipée et l'énergie stockée pour un cycle de déformation.

Les résultats pour le PVC sont fondamentalement différents des résultats pour le HDPE par le fait que la pente des modules n'augmente pas à mesure que la fréquence diminue. A basse vitesse de déformation (ie. en viscoélasticité linéaire), la pente des modules doit tendre vers la valeur de 2 (sur graphique logarithmique). Le changement de pente est apparent pour le HDPE mais n'a pas lieu pour le PVC. Nakajima (1981) observe le même genre de comportement pour le PVC à 190°C. Il observe, de plus, que la température doit être supérieure à 200°C pour permettre un comportement "normal" de polymère fondu, c'est-à-dire un fléchissement des modules à faible fréquence de cisaillement. Utracki (1986) traite les résultats de modules G' et G'' du PVC entre 180 et 210°C comme s'il s'agissait d'un polymère chargé. Il considère que le comportement des modules est décrit par un modèle de type Casson donc avec un module de seuil et un module pour la matrice (qu'il obtient à 220°C lorsque la cristallinité a disparu).

A la figure 3.2-10, on présente le temps de relaxation de nos deux polymères en fonction de la fréquence. Le temps de relaxation  $\tau$  est calculé en considérant nos polymères comme des fluides de Maxwell. Pour un tel fluide, on a (Ferry, 1970):

$$\tau(\omega) = \frac{G'(\omega)}{\omega \cdot G''(\omega)} \quad \text{éq. 3.2-1}$$

On voit à la figure 3.2-10 que le temps de relaxation diminue en fonction de la fréquence  $\omega$ . Le

temps de relaxation du PVC est plus élevé que celui du HDPE à une fréquence donnée mais la différence entre les deux diminue à mesure que  $\omega$  augmente. Le PVC semble donc possèder un comportement plus élastique que le HDPE pour la plage de cisaillement étudiée.

On note que les temps de relaxation du HDPE mesurés avec le R.S.R concordent bien avec ceux mesurés avec le R.M.S à même vitesse (ou fréquence) de cisaillement. Dans le cas du PVC, la comparaison est plus difficile puisque les temps de relaxation ont été obtenus à des vitesses de cisaillement très différentes.

Les résultats pour le HDPE sont présentés à 170, 190 et 210°C. On note que l'augmentation de la température entraîne une faible diminution du temps de relaxation.

Le module de relaxation de contrainte G(t) peut être calculé à partir de G' et G'' par la relation approximative suivante (Ninomiya et Ferry, 1959):

$$G(t) = G'(\omega) + 0.40 G''(0.4\omega) - 0.014 G'(10\omega)$$
  
avec t=1/\u03c6 \u03c6 (10\u03c6)

Les résultats de module de relaxation de contrainte

sont présentés à la figure 3.2-11. Ceux-ci permettent de voir que pour des temps qui sont de l'ordre des temps de résidence dans une filière d'extrusion  $(10^{-2} à 1s)$ , la contrainte n'a pas le temps de relaxer complètement. On remarque que le module G(t) décroît évidemment en fonction du temps et que le module G(t) du PVC est plus élevé que celui du HDPE. On note enfin que la réduction de G(t) en fonction du temps est plus lente pour le PVC ce qui est en accord avec son temps de relaxation plus long.



Figure 3.2-9 Modules dynamiques G' et G'' en fonction de la fréquence pour le PVC et le PE à 190°C.



Figure 3.2-10 Temps de relaxation maxwellien en fonction de la fréquence pour le PVC et le PE.



Figure 3.2-11 Module de relaxation de la contrainte G(t) pour le PVC et le PE.

(0,0)

#### 3.3 Mesure du gonflement / équipement

#### 3.3-1 Extrudeuse

Une extrudeuse Killion de 45mm de diamètre intérieur a été utilisée pour la plastification et l'extrusion des polymères. Une vis conventionnelle à trois zones a été utilisée pour l'extrusion du HDPE. Celle-ci possède un rapport longueur sur diamètre de 24 et un pas de vis égal à son diamètre. Le rapport de compression de la vis est de 3.0. La vis utilisée pour l'extrusion du PVC est une vis à compression constante de L/D égale à 24 et de rapport de compression de 2.5. Les vis n'étaient pas refroidies. Le contrôle de température est effectué à  $\pm$  1°C sur trois zones sur le baril de l'extrudeuse ainsi que sur trois zones sur l'ensemble adapteur-filière. Le profil de pression sur l'extrudeuse est mesuré grâce à six capteurs de pression Dynisco. Un autre capteur est aussi placé en amont de la filière, ce qui permet de déterminer la perte de pression dans celleci. La précision des capteurs de pression est de ± 0.1 MPa. Les mesures du couple de torsion sur la vis et de la vitesse de rotation ont aussi été effectuées.

### 3.3-2 Filières

Des filières circulaires de 3.25 mm de diamètre et de rapport L/D (longueur/diamètre) de 3.9, 9.8, 15.6 et 23.6 ont été utilisées. De plus, trois différentes géométries d'entrée sont disponibles:

Angle d'entrée: 180°, rapport de contraction: 4
Angle d'entrée: 180°, rapport de contraction: 2
Angle d'entrée: 90°, rapport de contraction: 4

L'angle mentionné ici est l'angle  $2\alpha$  formé par les parois à l'entrée de la filière (voir figure 1.3-1). Le rapport de contraction est le rapport entre le diamètre du "réservoir" et le diamètre de la filière.

Aussi, une filière de type plaque à chemin d'écoulement profilé a été utilisée. La géométrie de la plaque finale de la filière est un rectangle mince de 1mm d'épaisseur et de 25mm de largeur. Des rapports longueur/épaisseur (L/H) de 10, 20 et 40 ont été utilisés pour la plaque finale. 3.3-3 Equipements auxiliaires

Selon les expériences, un ou plusieurs équipements auxiliaires ont dû être utilisés.

Un ensemble caméra vidéo - digitaliseur d'images permet de mesurer à distance les dimensions d'un extrudat soumis à un étirement quelconque. Un convoyeur à roulettes libres en acier a servi à soutenir l'extrudat et à le maintenir à l'horizontal. La caméra est fixée au convoyeur et peut être glissée dans la dessus du direction de l'entraînement du profilé, de façon à pouvoir mesurer le diamètre à différentes distances de la filière. L'éclairage de l'extrudat doit permettre de bien discerner les arêtes. Le digitaliseur repère automatiquement les contrastes d'intensité lumineuse qui correspondent aux bords de l'extrudat, mesure la distance en pixel et convertit, en fonction de la calibration, en une dimension. La calibration de l'appareil doit être fait préalablement aux mesures et consiste à mesurer un objet et à fournir ses dimensions. Le logiciel de digitalisation associe à un pixel une certaine dimension. La calibration doit être refaite à chaque fois que la caméra est déplacée ou que l'ajustement focal ou d'agrandissement (zoom) est modifié. La précision des mesures avec la caméra est de  $\pm$  100  $\mu$ m. La principale

limitation au niveau de la précision provient de la difficulté d'obtenir des contrastes de luminosité nettement définis.

Dans les expériences qui impliquent de l'étirement, un tracteur de profilé à vitesse variable est utilisé. La vitesse de tirage est contrôlée en réglant un potentiomètre. Un bassin d'eau de refroidisement de 4 mètres de longueur permet le refroidissement du profilé.

Pour les expériences où un recuit est nécessaire un bassin thermostaté à température contrôlée à  $\pm$  2° C contenant de l'huile de silicone à été utilisé.

# 3.4 Mesure de gonflement / procédures

#### 3.4-1 Gonflement d'équilibre

On désignera par "gonflement d'équilibre" le gonflement isotherme d'un extrudat libre de toutes contraintes extérieures (dont les forces d'étirement). La méthode permettant d'obtenir le gonflement d'équilibre doit permettre la relaxation complète des contraintes élastiques du fluide et minimiser les effets extérieurs.

Plusieurs méthodes ont été utilisées dans le passé pour mesurer le gonflement postextrusion à la sortie d'un capillaire. La plus triviale est la simple mesure des dimensions de l'extrudat refroidi à l'air ou à l'eau. Cette méthode ne permet pas la relaxation complète à cause du refroidissement de la matière.

Une deuxième méthode consiste à effectuer un recuit à une température supérieure à la température de transition vitreuse sur des échantillons déjà refroidis pour permettre aux contraintes internes d'être libérées. Cette méthode donne généralement des valeurs de gonflement plus élévées. On modifie toutefois l'histoire thermique de l'échantillon ce qui risque de perturber les mesures pour les polymères semicrystallins. Une troisième méthode est d'extruder dans une chambre à température contrôlée pour assurer la condition d'isothermie. Le principal problème de cette méthode est l'étirement dû à la gravité. L'extrudat dans cette méthode est pendu verticalement pendant tous le temps nécessaire à la relaxation. Il s'en suit un allongement axial et une diminution apparente du gonflement.

La quatrième et dernière méthode est la plus difficile à réaliser mais permet de minimiser les effets externes. Il s'agit de l'extrusion dans un bain d'huile à la température de l'extrusion. Utracki et al.(1975) et Samara (1985) ont réalisé des montages où un rhéomètre capillaire est monté au dessus d'un bain d'huile à température contrôlée. Les mesures de dimensions sont faites, dans les deux cas, de façons optiques. Cette méthode n'est toutefois pas sans inconvénients pratiques. D'abord, il y a la complexité relative du montage et la limitation quant au débit d'extrusion. Ensuite, il faut choisir l'huile fort judicieusement. Celle-ci doit être de densité comparable au polymère, elle ne doit pas dissoudre ou former de gel avec le polymère, elle doit résister à des températures élevées et doit être suffisamment transparente pour permettre les mesures

optiques.

Les méthodes décrites plus haut font généralement rhéomètre capillaire comme outil de intervenir un plastification. Dans le but de se rapprocher des conditions industrielles d'extrusion, nous avons utilisé une extrudeuse. L'extrudeuse diffère d'un rhéomètre standard par le fait que la vis d'extrusion cisaille intensément le polymère avant son passage dans la filière. Il s'en suit une plus grande homogénéité ou dans le cas du PVC une plus grande gélification du polymère. La méthode de mesure du gonflement d'équilibre se quatrième mais rapproche de la est adaptée à l'utilisation d'une extrudeuse. Il serait évidemment peu pratique (et plutôt dangereux) d'envisager une extrusion horizontale dans un bassin d'huile à des températures se 200°C. La méthode utilisée est rapprochant des la suivante: l'extrudat est coupé en même temps que supporté sur une plaque non adhésive en un échantillon de 15cm de long. Aussitôt coupé, l'échantillon est placé dans un bain d'huile de silicone maintenue à la température d'extrusion. période 3 Après une de minutes, l'échantillon est retiré du bain et refroidi à l'air ambiant. Les dimensions de l'échantillon sont mesurées directement à température de la pièce et corrigées pour la différence de densité entre la température ambiante et

la température d'extrusion. Le choix du temps de 3 minutes est en accord avec Utracki et al. (1975) qui a montré que un temps d'une minute est entièrement suffisant pour la relaxation du PVC et du PE. Des expériences préliminaires ne nous ont pas démontré d'augmentations sensibles dans les mesures de diamètre pour des temps supérieurs à 3 minutes. De plus, dans le cas du PVC, une période de plus de 5 à 6 minutes entraînerait un début de dégradation de la matière. Des mesures de masse d'échantillon avant et après un passage de 3 minutes dans le bain d'huile n'ont montré aucune différence significative ce qui signifie que le PVC n'est pas dégradé ou dissout.

La figure 3.4-1 présente l'effet de la "cuisson" et de la correction de densité appliquée sur les mesures de gonflement. On remarque que la cuisson permet d'augmenter la mesure de gonflement du HDPE d'environ 5% par rapport à un échantillon que l'on laisse immédiatement refroidir à l'air libre. Dans le cas du PVC, l'augmentation de diamètre dû à la cuisson est négligeable ce qui indique que la relaxation du PVC se fait rapidement et que le gonflement d'équilibre est pratiquement atteint lors de l'extrusion à l'air libre.



Figure 3.4-1 Influence de la méthode de mesure sur le gonflement.

 $2^{\circ}$ 

On considère la température d'extrusion comme étant la température enregistrée par le thermocouple qui est en contact avec le polymère en amont de la filière. Les températures de consigne pour les trois zones de contrôle sur l'extrudeuse sont ajustées de façon à obtenir la température d'extrusion voulue. Les températures de consigne pour la filière sont fixées égales à la température d'extrusion. Le maintien de cette température est effectué sans difficultés particulières par des contrôleurs PID.

## 3.4-2 Gonflement et étirement simultanés

Pour les expériences impliquant l'entraînement et l'étirement du profilé, les équipements auxiliaires décrits précédemment sont utilisés. Pour les mesures optiques, le profilé passe d'abord sur le convoyeur sur une distance d'un mètre avant de plonger dans le bassin d'eau de refroidissement. A la sortie du bassin, le profilé est assèché au moyen de jets d'air puis est tiré par le tracteur de profilé. Avec le grossissement utilisé sur la caméra, la largeur du champ est d'environ 10 mm. Ceci permet d'effectuer des mesures à tout les 1 mm directement après la sortie de la filière.

Pour les expériences où on ne mesure pas les dimensions sur la ligne d'extrusion, le profilé est directement envoyé dans le bac de refroidissement placé à quinze cm de la sortie de la filière. Les dimensions finales du profilé sont mesurées sur les pièces coupées et refroidies. Dans le cas de l'extrusion d'un profilé rectangulaire, nous avons évalué l'épaisseur moyenne à partir de la masse par unité de longueur du profilé et de la densité de la matière. Ceci a permis des mesures plus reproductibles et plus précises que par mesure directe. Les températures d'extrusion utilisées pour le PVC sont situées entre 160 et 200°C. A 170° et moins, l'extrusion est particulièrement difficile à cause de la trop grande viscosité du PVC. Au delà de 200°, les effets de la dégradation du PVC deviennent importants. Le HDPE a été extrudé à 190 et 220°C.

# 4 Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux seront présentés en trois parties. Dans un premier temps, nous présenterons et analyserons les résultats sur le gonflement d'équilibre d'extrudat circulaire et l'influence de divers paramètres sur celui-ci.

Ensuite, nous discuterons des résultats dynamiques de gonflement obtenus par les mesures optiques sur un extrudat circulaire soumis à une traction.

Ceci nous introduira à la troisième partie qui concerne l'effet des paramètres d'opération du procédé d'extrusion de profilé (ie.:débit, vitesse d'étirement, température d'extrusion et de filière) sur le gonflement et la forme d'un profilé rectangulaire mince.

### 4.1 Gonflement d'équilibre

Comme nous l'avons déjà mentionné, le gonflement d'équilibre est le gonflement obtenu lorsque l'extrudat est libre de toute contrainte (donc n'est pas étiré), dans des conditions isothermes et après un temps suffisamment long pour permettre la relaxation complète des contraintes élastiques.

Le gonflement d'équilibre ayant été obtenu sur des extrudats circulaires, nous le présenterons en termes de ratio de gonflement d/D où d est le diamètre de l'extrudat et D celui de la filière.

Un ratio de gonflement de 1 correspond à aucun gonflement. Le pourcentage de gonflement est parfois utilisé dans la littérature et correspond à (d/D-1)x100%. Le ratio de gonflement en aire est bien sûr le carré du ratio de gonflement d/D.

Sauf indication contraire, la géométrie d'entrée, pour l'obtention de gonflement d'équilibre, est une contraction 4 à 1 avec un angle d'entrée de 180°.

#### 4.1-1 Effet du débit

Le gonflement dépend indirectement du débit par l'effet du temps de résidence dans la filière (effet mémoire) et de la vitesse de cisaillement (relaxation des contraintes normales).

Notre principal intérêt à présenter le gonflement en fonction du débit est d'illustrer le problème auquel est confronté le concepteur de filière. Les figures 4.1-1. et 4.1-2. présentent la relation entre débit volumique et ratio de gonflement d/D pour divers rapports L/D (longueur / diamètre) de filières. Les principales conclusions que l'on peut tirer de ces deux figures sont:

1) Le gonflement postextrusion augmente avec le débit volumique.

2) Le gonflement du PEHD (d/D-1) est environ deux fois plus important que celui du PVC. Ainsi, le gonflement postextrusion peut être très différent d'un polymère à l'autre.

3) On observe un gonflement plus élevé pour les filières plus courtes.

Les résultats que nous allons maintenant présenter ont pour but de découpler l'effet des différentes variables qui affectent le gonflement et de permettre une meilleure compréhension du gonflement dans le procédé d'extrusion de profilés.



Figure 4.1-1 Ratio de gonflement en fonction du débit à divers rapports L/D pour le PVC à 190°C.



Figure 4.1-2 Ratio de gonflement en fonction du débit à divers rapports L/D pour le PE à 190°C.
4.1-2. Vitesse de cisaillement apparente

La vitesse de cisaillement apparente  $\dot{\gamma}_a$  a déjà été définie pour l'écoulement dans une filière circulaire par

$$\dot{\gamma}_{a} = \frac{4 \text{ Q}}{\pi \text{ B}^{3}}$$
 éq 1.3-2

Le gonflement relié au mécanisme de relaxation des forces normales est une fonction unique de  $\dot{\gamma}_{a}$  (pour une température donnée). Ce mécanisme est théoriquement l'unique responsable du gonflement pour les filières de longueur infinie (ou très longue). Nous présentons donc aux figures 4.1-3 et 4.1-4 les relations entre le ratio de gonflement et  $\dot{\gamma}_{a}$  pour le PVC et le HDPE obtenues avec notre plus longue filière de L/D égale à 23.6. Nous verrons plus loin que le choix de cette longueur de filière permet d'éliminer en majeure partie la contribution de l'effet mémoire au gonflement.

Les résultats sont présentés à deux températures différentes pour chaque polymère. On note un effet positif de la vitesse de cisaillement sur le gonflement. L'effet de  $\dot{\gamma}_a$  est plus important sur le gonflement du HDPE que sur celui du PVC.

On remarque qu'à vitesse de cisaillement apparente égale, le ratio de gonflement du HDPE (situé entre 1.6 et sensiblement plus élevé que le ratio 2.2) est de gonflement du PVC (situé entre 1.3 et 1.4). Pourtant les résultats du R.M.S. indiquent (section 3.2-4) que le PVC posséde comportement plus élastique. Cette un contradiction confirme les résultats de Utracki (1986) qui montre que l'on ne peut pas relier les mesures de gonflement mesures dynamiques d'élasticité aux aux températures inférieures à 210°C. La cause probable de ceci est un seuil de contrainte qui empêche la relaxation élastique complète.

Nakajima et Collins (1978) trouvent pour une filière longue (L/D=40) que le gonflement du PVC rigide est pratiquement indépendante de la vitesse de cisaillement ce qui est en accord avec nos résultats.

Pour le HDPE, plusieurs chercheurs ont obtenu des résultats qui montrent une croissance du gonflement avec la vitesse de cisaillement (White et al., 1976; Kalyon et al.,1986).



Figure 4.1-3 Ratio de gonflement en fonction de la vitesse de cisaillement apparente pour le PVC à 190 et 200°C.



Figure 4.1-4 Ratio de gonflement en fonction de la vitesse de cisaillement apparente pour le PE à 190 et 220°C.

4.1-3. Contrainte de cisaillement à la paroi

L'effet de la contrainte de cisaillement réelle à la paroi  $(\sigma_{12})_{\mu}$  est montré aux figures 4.1-5. et 4.1-6. On définit la contrainte ainsi:

$$(\sigma_{12})_{W} = \frac{\Delta P R}{2(L+L_{Rag})}$$
 éq. 4.1-1

où  $\Delta P$  est la perte de pression dans la filière circulaire, L est sa longueur, et  $L_{Bag}$  est la correction de Bagley pour les effets de bout. La contrainte est fonction de la vitesse de cisaillement via une équation constitutive telle la loi de puissance.

Des résultats pour une filière courte (L/D:3.9) et une filière longue (L/D:23.6) et à des températures diverses sont présentés. On voit que dans tous les cas le gonflement augmente en fonction de la contrainte de cisaillement.

On constate qu'à contrainte de cisaillement égale, on a encore un ratio de gonflement supérieur pour le HDPE. Ceci est en accord avec le test de recouvrance sur R.S.R. qui indiquait une déformation recouvrable plus élevée pour le HDPE pour des contraintes environ mille fois plus petites (de l'ordre de kPa au lieu de MPa).

Il semble donc que le test de recouvrance représente mieux le phénomène du gonflement que les tests dynamiques. Dans le cas de fluide possèdant une viscosité très élevée ou des seuils de contrainte, les forces élastiques ne peuvent pas créer autant de gonflement à la sortie de la filière et ce indépendamment du temps de relaxation mesuré par R.M.S.. Ainsi l'utilisation du R.S.R semble donner une meilleure idée du comportement en gonflement des polymères.



Figure 4.1-5 Ratio de gonflement en fonction de la contrainte de cisaillement à la paroi pour le PVC à 180, 190 et 200°C et pour les rapports L/D de 3.9 et 23.6.



Figure 4.1-6 Ratio de gonflement en fonction de la contrainte de cisaillement pour le PE à 190 et 220°C et pour les rapports L/D de 3.9 et 23.6.

4.1-4. rapport L/D de la filière

L'effet du rapport L/D de la filière sur le gonflement du PVC et du HDPE est présenté aux figure 4.1-7. et 4.1-8. pour diverses vitesses de cisaillement et à diverses températures.

remarque la décroissance monotone du ratio de On gonflement en fonction du rapport L/D de la filière. Ceci illustre bien l'effet mémoire: les contraintes emmagasinées à l'entrée de la filière se dissipent à mesure que le fluide avance dans la filière. A un rapport L/D de 24, on constate que la courbe gonflement - L/D s'approche asymptotiquement de l'horizontale ce qui signifie que le gonflement n'est plus fonction du L/D à L/D élevé. Le gonflement, à ce point, est uniquement relié au mécanisme de relaxation des forces normales et devient fonction unique de la vitesse de cisaillement. A un L/D de 24, on semble avoir éliminé une bonne partie de l'effet mémoire.

Entre les rapports L/D de 10 et 20, qui représente bien les bornes de la plage de longueur (L/H) de filière typiquement utilisée pour les filières d'extrusion, on observe une diminution de 5% du ratio de gonflement pour le PVC et d'environ 9% pour le HDPE.

Pour les rapports L/D plus petits que 10, on observe une augmentation importante du gonflement pour les deux polymères. Ceci explique, entre autres, pourquoi l'utilisation industrielle de filières courtes est difficilement réalisable.



Figure 4.1-7 Ratio de gonflement en fonction du rapport L/D pour le PVC à 190 et 200°C et à diverses vitesses de cisaillement.



Figure 4.1-8 Ratio de gonflement en fonction du rapport L/D pour le PE à 190 et 220°C et à diverses vitesses de cisaillement.

4.1-5. Temps de résidence

Les graphiques de gonflement d'équilibre en fonction du temps de résidence  $t_r$  pour deux températures sont présentés aux figures 4.1-9. et 4.1-10. pour le PVC et aux figures 4.1-11. et 4.1-12. pour le HDPE.

On observe de façon générale, une décroissance monotone du gonflement avec le temps de résidence. Le temps de résidence est relié par l'équation 1.3-1 au rapport L/D et à la vitesse de cisaillement apparente.

Pour le PVC, on remarque la courbe formée pour la filière la plus courte (L/D=3.9) est décalée de la courbe générale. A un moindre degré, les points pour L/D égale à 9.8 sont aussi légèrement surélevés par rapport aux autres points.

Les résultats de Meinecke et Yau (1986) pour un élastomère (polyisobutylène), thermoplastique un élastomère thermoplastique (polystyrène) et un (copolymère tribloc de polystyrène), montrent un comportement inverse. C'est-à-dire un chevauchement des courbes tel que à temps de résidence égal, on a un gonflement moins important dans la filière courte. Ceci est normal puisque à temps de résidence égal, le débit ,et donc la vitesse de cisaillement, dans une filière

courte est moins élevé que dans une filière plus longue. C'est donc dire que le gonflement relié au mécanisme de relaxation des contraintes normales devrait être moins important dans la filière courte (à temps de résidence égal).

Pour le PVC, on observe clairement le contraire: c'est-à-dire des gonflements plus élevés pour la filière courte (à temps de résidence égal). L'explication du phénomène observé chez le PVC doit donc provenir d'un effet d'entrée plus important pour les filières courtes et donc un effet d'entrée qui décroît avec le débit. Ceci est inattendu et nous reviendrons sur une cause possible de ce phénomène à la section suivante après avoir discuté de l'effet de la géométrie d'entrée sur le gonflement.

L'utilisation du temps de résidence en abscisse permet dans le cas du HDPE de confondre en une seule courbe les points obtenus à des vitesses de cisaillement et à des rapports L/D divers. Il semble donc que le gonflement est fonction unique du temps de résidence dans la filière. Ceci est surprenant et indique que l'effet de la vitesse de cisaillement et du rapport L/D sur le gonflement n'interviennent que par leurs effets sur le temps de résidence. Ce type de comportement a été observé par Rogers (1970) pour le HDPE.



Figure 4.1-9 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PVC à 190°C.



Figure 4.1-10 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PVC à 200°C.



Figure 4.1-11 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PE à 190°C.



Figure 4.1-12 Ratio de gonflement en fonction du temps de résidence pour le PE à 220°C.

## 4.1-6 Géométrie d'entrée

Nous avons étudié l'effet de l'angle d'entrée  $2\alpha$  et du rapport de contraction (i.e. diamètre du réservoir D<sub>r</sub> / diamètre de la filière D) sur le gonflement postextrusion à la sortie d'une filière courte (L/D= 3.9). Les résultats pour le HDPE sont présentés aux figures 4.1-13 et 4.1-14 et pour le PVC aux figures 4.1-15 et 4.1-16. On y retrouve des graphiques du gonflement en fonction du rapport de contraction à divers débits.

Chaque courbe ne comprend ici que trois points expérimentaux. Il faut donc considérer les courbes tracées sur les graphiques comme étant une illustration qualitative de la relation gonflement en fonction du rapport de contraction.

Pour la contraction 4:1, nous avons des résultats pour deux angles d'entrée: 90 et 180°. Les points pleins sont pour l'angle d'entrée de 180° alors que les points vides sont pour l'angle de 90°. Dans certains cas, les points sont confondus et ne paraissent que comme un seul.

Le rapport Dr/D égale à 1 correspond à une filière de longueur infinie. Dans notre cas nous avons utilisé les résultats de la filière de rapport L/D égale à 23.6. Ceci est justifié par le fait que le gonflement asymptotique est presque atteint pour cette longueur de filière. Au pire, on peut considérér les points à L/D de 23.6 comme une limite supérieure pour le ratio de contraction de 1, ce qui ne changera rien à l'analyse qualitative qui suit.

A priori, on pourrait croire que le gonflement devrait augmenter avec le rapport de contraction de l'entrée. A mesure que le rapport de contraction de la filière augmente, la contraction réelle subie par le fluide et, par conséquent, son gonflement postextrusion, devrait augmenter. Ceci est entièrement vérifié pour le HDPE dont le gonflement augmente avec le rapport de contraction. L'augmentation entre les valeurs de rapport 1 et 2 est plus importante qu'entre 2 et 4 ce qui indique que l'influence du rapport de contraction sur le gonflement diminue à mesure que ce rapport augmente. Et à la limite, le gonflement devient indépendant du rapport de contraction pour les rapports supérieurs à une valeur critique.

Les résultats obtenus avec le PVC sont très différents. Dans ce cas-ci, les ratios de gonflement pour la contraction 2:1 sont plus élevés que pour la contraction 4:1. Il existe donc un rapport de contraction pour lequel on observe un maximum de gonflement. De plus les gonflements obtenus avec l'angle d'entrée de 90° sont légèrement plus élevés qu'avec l'angle de 180°. Ceci est, encore une fois, surprenant. Un tel effet, pour le PVC, a été observé par Kumar et O'Brien (1984) qui ont montré que le gonflement maximum à la sortie d'une filière rectangulaire est obtenu à un angle d'entrée de 60° (plutôt que 180°).

L'explication de ces phénomènes provient peut-être de la présence d'écoulement de recirculation (ou vortex) en amont de l'entrée de la filière. Ces recirculations ont pour effet d'adoucir la contraction réelle subie par le fluide à l'entrée de la filière. Il est possible que la géométrie de la contraction 2:1 et de l'angle plus doux de 90° ne permettent pas la présence des écoulements de recirculation et qu'ainsi la contraction réelle d'entrée subie par le fluide soit plus brutale que dans le cas de la contraction 4:1 et de l'angle de 180°.

Pour le PEHD, la croissance monotone du gonflement avec le rapport de contraction s'expliquerait soit par l'absence d'écoulement de recirculation ou par le fait que ces recirculations ne sont pas affectées par les changements de géométrie d'entrée que nous avons étudiés.

Revenons maintenant au phénomène de chevauchement des courbes de gonflement du PVC en fonction du temps de résidence avons mentionné à la section aue nous précédente. Il a été observé expérimentalement (Boger et al,1986) et numériquement (Mitsoulis et al., 1985) que l'importance des écoulements de recirculation augmente avec le débit. Ainsi à temps de résidence égal, les vortex dans la filière courte sont moins importants (car le débit est plus faible) que dans une filière plus longue ce qui entraîne une contraction réelle du fluide plus intense et un ratio de gonflement plus élevé. Ceci est aussi en accord avec les résultats numériques de Mitsoulis et al. qui montrent que le gonflement diminue lorsque les écoulements de recirculation prennent plus d'ampleur.

Un second facteur qui pourrait expliquer le anormal la possibilité comportement du PVC est d'écoulement non-viscométrique. En effet, Gomez (1984) prétend qu'un glissement partiel ou total à la paroi peut se produire pour le PVC à des contraintes excédant 0.3 à 0.5 MPa. Dans notre cas, les contraintes à la paroi varient entre 0.2 et 0.5 MPa selon le débit d'extrusion. Un glissement à la paroi dont l'importance augmente avec le débit (et la contrainte) pourrait expliquer une

diminution du gonflement en fonction du débit (à temps de résidence égal) puisque un fluide qui glisserait à la paroi ne serait pas déformé par le cisaillement.

Une dernière cause possible est l'effet de désenchevêtrement qui pourrait croître avec le débit d'extrusion et qui peut modifier les propriétés élastiques du PVC (Ajji et al., 1985).

Dans le cas du HDPE, nous observons une courbe unique de ratio de gonflement en fonction du temps de résidence ainsi qu'une croissance monotone du gonflement en fonction de la contraction d'entrée. Ces deux observations sont consistantes ensembles si on considère qu'il n'y a peu ou pas de vortex en amont de la filière, que l'écoulement est viscométrique et que l'effet de désenchevêtrement est peu important pour le HDPE.



Figure 4.1-13 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PE à 190°C.



Figure 4.1-14 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PE à 220°C.



Figure 4.1-15 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PVC à 190°C.



Figure 4.1-16 Ratio de gonflement en fonction du rapport de contraction pour le PVC à 200°C.

## 4.1-7 Température

L'influence de la température d'extrusion sur le gonflement postextrusion est présenté à la figure 4.1-17 pour le PVC et à la figure 4.1-18 pour le HDPE.

Pour le PVC, nous avons présenté deux courbes à vitesse de cisaillement apparente constante et une courbe à contrainte de cisaillement à la paroi constante. Les deux courbes à vitesse cisaillement constante de possèdent sensiblement la même allure c'est-à-dire une croissance rapide du gonflement entre 170 et 190°C puis un ralentissement de la croissance entre 190 et 200°C. Cette augmentation du gonflement se fait malgré la diminution des temps de relaxation du polymère qui devrait entraîner une diminution du gonflement avec la température. Ce qui explique le comportement du PVC c'est que l'augmentation de la température entre 170 et 190°C entraine la disparition de la cristallinité et de la morphologie hétérogène du PVC. Aux températures supérieures à 200°C on atteint la "gélification" complète du PVC, c'est-à-dire l'homogénisation et la fonte des cristaux. Le degré de gélification a un effet sur le gonflement parce que le PVC non gélifié agit comme une phase solide dans l'écoulement et inhibe le gonflement

postextrusion.

Krzewski et Collins (1981) ont évalué l'élasticité du PVC rigide à partir de la perte de pression dans un orifice. Leurs résultats montrent que l'élasticité du PVC augmente avec la température par une relation semblable à celle observé ici pour l'effet de la température sur le gonflement, c'est-à-dire une courbe sigmoidale possèdant une inflexion à environ 175°C et un plateau pour les températures supérieures à 200°C.

La courbe de gonflement du PVC à contrainte constante présente la même tendance bien que plus prononcée entre 180 et 190°C.

Pour le HDPE, l'effet de la température sur le gonflement est faible. On observe une faible décroissance du gonflement entre 190 et 220°C pour tous les cas sauf à contrainte constante pour la filière de L/D égale à 23.6.

On remarque que la décroissance du gonflement est plus marquée pour la filière de rapport L/D de 3.9. Ceci illustre le fait que l'augmentation de la température diminue les temps de relaxation du HDPE et est en accord avec la faible décroissance des temps de relaxation maxwellien avec la température que nous avons observé sur R.M.S. à la section 3.2-4



Figure 4.1-17 Ratio de gonflement en fonction de la température à vitesse et contrainte de cisaillement constantes pour le PVC.



Figure 4.1-18 Ratio de gonflement en fonction de la température à vitesse et contrainte de cisaillement constantes pour le PE.

## 4.2 Profil de diamètre

Les résultats présentés jusqu'ici concernaient le gonflement d'équilibre. En extrusion de profilé, toutefois, l'extrudat n'est pas libre de toutes contraintes puisqu'il est toujours soumis à une force de traction. De plus, la condition d'isothermie n'est pas respectée puisque l'on tente généralement de refroidir le profilé assez rapidement.

L'étirement et le refroidissement rapide font que les gonflements maximals observés en extrusion de profilé sont plus faibles que les gonflements d'équilibre.

Typiquement, la conception de filière se fait à partir de trois valeurs qui ne sont fonctions que du type de polymère utilisé. Les dimensions de la plaque finale de la filière sont obtenues en procédant à rebours c'està-dire en multipliant les dimensions de la pièce finale par trois facteurs multiplicatifs: Un facteur pour le gonflement, un facteur pour l'étirement et un pour le retrait. Par exemple, Michaeli (1984) propose pour l'extrusion du PVC rigide de diminuer les dimensions de la filière (par rapport aux dimensions de la pièce finale) de 10% pour tenir compte du gonflement, puis de l'augmenter de 5% et de 3% pour l'étirement et le retrait.

Ce qui semble le plus grossier dans ce type de procédure c'est que l'on considère des facteurs indépendants des conditions d'opération. Nous tenterons dans les sections 4.2 et 4.3 d'évaluer en pratique le bien fondé de cette procédure.

Nous allons d'abord nous intéresser à la dynamique du gonflement. Pour ce faire, nous avons procédé à la mesure du diamètre d'un extrudat circulaire à différentes distances de la filière à l'aide d'une caméra vidéo et d'un digitaliseur d'images. L'ensemble de ces mesures nous permet d'obtenir le profil de diamètre de la sortie de la filière jusqu'à l'entrée de l'extrudat dans l'eau de refroidissement 1.1m plus loin.

L'importance de la dynamique du gonflement sur la forme des profilés est immense parce que essentiellement la forme du profilé est déterminée par le gonflement qui survient immédiatement après la sortie de la filière. L'étirement ultérieur du profilé permet de réduire les dimensions mais de façon relativement isotrope donc sans changement majeur de forme. Il est donc important de déterminer comment se fait sentir l'effet du débit et de l'étirement sur la dynamique du gonflement. Pour la présentation des profils de diamètre, nous continuerons à exprimer le diamètre sous la forme sans dimensions d/D définie précédemment.

Un ratio d'étirement  $\lambda$  est défini de la façon suivante:

où U est la vitesse linéaire d'entraînement (par le tracteur de profilé) du profilé.  $U_{eq}$  est la vitesse minimale théorique requise pour entraîner sans étirement un extrudat qui a atteint son gonflement d'équilibre.  $U_{eq}$  est obtenu à partir du débit volumique Q et de l'aire de section  $A_{eq}$  (obtenu au débit Q) d'un extrudat ayant atteint son gonflement d'équilibre selon la méthode décrite à la section 3.4-1.

On a:

$$U_{eg} = Q/A_{eg} \qquad \text{éq. 4.2-2}$$

Le type de ratio d'étirement à que nous utilisons, représente l'étirement que doit subir l'extrudat pour passer des dimensions au gonflement d'équilibre au dimensions finales de l'extrudat étiré. Ce type de ratio est plus représentatif de l'étirement réel que le ratio normalement utilisé basé sur la vitesse moyenne dans la filière et qui ne tient pas compte du gonflement.

Avec la définition donnée à l'équation 4.2-1, un ratio d'étirement  $\lambda$  de l correspond à aucun étirement alors que  $\lambda > 1$  correspond à une réduction de diamètre par rapport à  $d_{eq}$  par un facteur  $(\lambda)^{1/2}$ . Comme une certaine force est toujours nécessaire à l'entraînement du profilé, on a toujours  $\lambda$  plus grand que 1.

Les résultats de profil de diamètre sont présentés à la figure 4.2-1 pour le PVC et à la figure 4.2-2 pour le HDPE. Les diverses courbes sont pour des ratios d'étirement différents.

Dans le cas du PVC, le ratio d'étirement minimum atteint en pratique est de 1.1 alors que pour le HDPE le ratio minimum est de 3. La différence entre les deux polymères provient de la plus grande fluidité du HDPE.

On remarque que pour les deux polymères, le diamètre maximal atteint dépend du ratio d'étirement. Il apparaît donc, ici, que le gonflement maximale est fonction du ratio d'étirement. Stevenson (1985) suppose, pour des fins de conception de filière, que le gonflement d'équilibre est atteint par l'extrudat indépendamment de l'étirement et que l'étirement se fait de façon isotrope à partir des dimensions de gonflement d'équilibre. Nos résultats montre que cette approche n'est pas fondamentalement correcte.

Les résultats présentés aux figures 4.2-1 et 4.2-2 ne donnent pas d'indices sur la fraction du gonflement d'équilibre que le diamètre peut atteindre ni sur le temps nécessaire pour obtenir le gonflement maximal de l'extrudat. Nous pouvons représenter le diamètre sous forme de fraction du gonflement d'équilibre X définie ainsi:

$$X = \frac{(d/D) - 1}{(d/D)_{eq} - 1} = \frac{d - D}{d_{eq} - D} \qquad \text{éq.4.2-3}$$

où l'indice eq refère aux résultats d'équilibre.

Le temps écoulé à partir de la sortie de la filière est donné par

$$t = \int_{0}^{z^{\prime}} \frac{dz}{V(z)}$$
 éq. 4.2-4
où z est la distance axiale (direction de l'extrusion) à partir de la filière. V est la vitesse linéaire de l'extrudat qui est fonction du diamètre d(z) via l'équation suivante :

$$V(z) = 4Q / (\pi d(z)^2)$$
 éq. 4.2-5

Ainsi de façon discrète, on aura:

$$t_n = (\pi/4Q) \sum_{i=1}^n (\Delta z_i / d_i^2)$$
 éq. 4.2-6

où d<sub>i</sub> est le diamètre moyen sur l'intervalle  $\Delta z_i$  et t<sub>n</sub> est le temps associé au n ième point du profil de diamètre.

Aux figures 4.2-3 et 4.2-4, nous avons présenté la fraction du gonflement d'équilibre X en fonction du temps depuis la sortie de la filière. Pour le PVC (figure 4.2-3) on voit que le gonflement de l'extrudat atteint au maximum un peu moins de 90% de sa valeur de gonflement d'équilibre pour le cas à ratio d'étirement de 1.1 . Ce maximum est obtenu après 1 seconde. Pour les ratios d'étirement supérieurs, on voit que la fraction du gonflement d'équilibre atteint diminue et que le maximum de gonflement est atteint de plus en plus rapidement. Ceci est important en pratique car cela implique que le gonflement maximum atteint est fonction de l'étirement. Et donc, fondamentalement, on ne peut pas considérer un facteur de gonflement indépendant de l'étirement. Nous verrons dans la prochaine section si ceci peut avoir, en pratique, des conséquences importantes pour la forme d'un profilé rectangulaire.

Les valeurs maximales de fraction du gonflement d'équilibre se situent 0.3 et 0.95 selon le ratio d'étirement. Aussi, il semble que le gonflement obtenu pendant les 3 premiers dizièmes de seconde est peu affecté par le ratio d'étirement.

On observe qualitativement les mêmes phénomènes pour le HDPE à la figure 4.2-4. Dans ce cas, toutefois, la fraction maximale du gonflement d'équilibre est obtenu à un temps de 2 secondes après la sortie de la filière et atteint entre 55 et 75% du gonflement d'équilibre.

A la figure 4.2-5, nous présentons des profils de diamètre obtenus à des ratios d'étirement identiques mais pour des débits différents. Ceci est réalisé en augmentant la vitesse d'entraînement de l'extrudat dans la même proportion que l'augmentation du débit d'extrusion. On voit que, outre les diamètres finaux qui sont légèrement différents à cause des gonflements d'équilibre différents, la dynamique du gonflement est semblable pour les deux débits. Ainsi, le gonflement maximum atteint semble n'être qu'une faible fonction du débit.

Nos résultats sur la dynamique du gonflement nous permettent d'entrevoir que l'étirement via son effet sur le gonflement maximal atteint aura un effet sur la forme des profilés plus complexes. D'autre part, il semble bien que le débit ne modifie pas tellement le gonflement maximal atteint lors des expériences avec étirement.



Figure 4.2-1 Profil de diamètre après la sortie de la filière à divers ratios d'étirement pour le PVC.



Figure 4.2-2 Profil de diamètre après la sortie de la filière à divers ratios d'étirement pour le PE.

Га<sub>н</sub>



Figure 4.2-3 Fraction du gonflement d'équilibre en fonction du temps à partir de la sortie de la filière pour le PVC à divers ratios d'étirement.



Figure 4.2-4 Fraction du gonflement d'équilibre en fonction du temps à partir de la sortie de la filière pour le PE à divers ratios d'étirement.



٠

Figure 4.2-5 Profil de diamètre à divers débits et à ratio d'étirement constant pour le PVC et le PE.

v

7

4.3 Extrusion d'un profilé rectangulaire mince

Cette dernière partie de nos expériences est certes celle aui se rapproche le plus des conditions industrielles de l'extrusion de profilés. Le profilé rectangulaire mince est encore d'une géométrie très simple par rapport à un profilé de fenêtre ou de gouttière par exemple. Toutefois, la grande majorité des profilés complexes sont des profilés à paroi mince, c'est donc dire un assemblage de section rectangulaire mince. L'extrusion d'un profilé rectangulaire mince permet donc de reproduire certains des problèmes rencontrés lors de l'extrusion d'un profilé complexe.

Le principal problème dimensionnel en extrusion de profilés ne provient pas de l'aire de section. Celle-ci peut être réglée précisement en modifiant soit le débit (la vitesse de vis) de l'extrudeuse ou bien en modifiant la vitesse d'entrainement du profilé. C'est plutôt la forme du profilé qui est problématique. La forme se définit pour un profilé quelconque à partir de rapports géométriques de dimensions caractéristiques du profilé. Pour un profilé rectangulaire, on a un seul facteur de forme que l'on peut définir comme le rapport w/h (largeur / épaisseur). Le HDPE se prête mal à l'extrusion de profilé à cause de sa trop grande fluidité et de son gonflement postextrusion important. Les expériences d'extrusion d'un profilé rectangulaire ont donc été effectuées exclusivement avec le PVC.

Aux figures 4.3-1 et 4.3-2, les dimensions w (largeur) et h (épaisseur) sont présentés en fonction du rapport a/A où a est l'aire de section du profilé et A est l'aire de section de la filière. Les dimensions de la filière sont de 25mm de largeur par 1mm d'épaisseur ( $A = 25mm^2$ ).

La figure 4.3-1 présente les résultats obtenus avec une filière de rapport L/H (longueur/épaisseur) de 10 alors que, à la figure 4.3-2, on présente les résultats obtenus avec une filière de rapport L/H de 40.

Les courbes pleines représentent les dimensions w et h dans le cas de changements de dimensions isotropes. On note une déviation entre les résultats expérimentaux et la courbe isotrope de plus en plus prononcée à mesure que l'aire augmente. Ceci est dû au fait que le gonflement postextrusion se fait majoritairement dans la direction de l'épaisseur au détriment de la largeur. On note aussi que la déviation est plus marquée pour la filière de L/H de 10 (figure 4.3-1) à cause du gonflement plus important. Pour un rapport d'aire a/A (aire finale sur aire de filière) de 2, par exemple, on a, à L/H=10, h=1.58mm et w=30.0mm. Ceci nous donne un ratio de gonflement en épaisseur de 1.58 et un ratio de gonflement en largeur de 1.2.

Le rapport a/A peut être réglé en modifiant la vitesse d'entrainement du profilé. Toutefois, une valeur maximale du rapport a/A existe et correspond au gonflement en aire maximal (à étirement minimal). Pour la filière de rapport L/H de 10, par exemple, on atteint un gonflement a/A de 2.1 alors que ce même ratio de gonflement diminue à environ 1.5 pour la filière de rapport L/H de 40.

On remarque, enfin, que les résultats expérimentaux proviennent d'expériences à divers débits et divers ratios d'étirement. Malgré cela, ces points se confondent dans une seule et même droite lorsque placés en fonction de l'aire. Ceci confirme une observation que nous avions faite dans la section 4.2 à partir des profils de diamètre. C'est-à-dire que dans une situation où on a étirement, l'effet du débit sur le gonflement est faible ou nul. Ainsi, à une dimension h ne correspond qu'une seule valeur de w pour une filière donnée. L'augmentation simultanée du débit fourni par l'extrudeuse et de la vitesse d'entraînement ne permet pas de modifier la forme du profilé rectangulaire.

A la figure 4.3-3, on reprend l'information présentée aux figures 4.3-1 et 4.3-2 mais cette fois on présente le facteur de forme w/h en fonction de l'aire a/A pour les rapports L/H de filière de 10 et 40.

Notons d'abord le fait que, dans tous les cas, on obtient des rapports w/h plus petits que le rapport W/H de la filière (=25). Ceci est bien sur dû au fait que le gonflement postextrusion contribue plus à l'augmentation de l'épaisseur h qu'à l'épaisseur w.

On remarque ensuite que le rapport w/h augmente à mesure que l'aire du profilé diminue. Pourtant, l'étirement comme tel n'a pas de raison, a priori, d'agir anisotropiquement. La modification du facteur de forme w/h est relié au fait que plus on étire le profilé, plus on inhibe le gonflement. Ceci contribue à modifier le rapport w/h puisque le gonflement inhibé se produisait préférentiellement sur l'épaisseur h.



Figure 4.3-1 Dimensions de largeur et d'épaisseur en fonction de l'aire finale du profilé rectangulaire pour le PVC avec la filière de rapport L/H de 10.



Figure 4.3-2 Dimensions de largeur et d'épaisseur en fonction de l'aire finale du profilé rectangulaire pour le PVC avec la filière de rapport L/H de 40.

 $\geq$ 

3

1

.



Figure 4.3-3 Facteur de forme w/h en fonction de l'aire finale du profilé pour les filières de rapport L/H de 10 et 40.

Ę.

5.8

On voit aussi pour la filière à L/H de 10 que, même en extrapolant à a/A = 0, on n'obtient pas un rapport w/h égale à 25. Ceci veut donc dire que le gonflement pour cette longueur de filière ne peut pas être complètement inhibé.

L'augmentation de w/h à mesure que l'on étire le profilé est conforme à nos conclusions obtenus de la dynamique du gonflement à la section 4.2. C'est à dire que le gonflement maximum atteint est d'une part très inférieur aux valeurs de gonflement d'équilibre, et qu'il diminue en fonction du ratio d'étirement.

L'effet de la température de la filière et de la température d'entrée du polymère sur la forme d'un profilé rectangulaire a aussi été étudié. L'expérience que nous avons menée consistait à produire, à débit constant, un profilé de largeur constante (w=24.0mm) et à observer les changements d'épaisseur à différentes conditions de température. Une filière de L/H=20 a été utilisée.

Les résultats sont présentés au tableau 4.3-1. On note une légère augmentation de l'épaisseur (5%) lorsque la température du PVC est augmentée de 170 à 190°C. Ceci est attribuable à une augmentation du gonflement ce qui, comme nous l'avons déjà mentionné, affectent principalement l'épaisseur du profilé. C'est donc dire que le changement de température d'entrée du polymère dans la filière peut constituer un moyen pour faire des ajustements mineurs à la forme du profilé rectangulaire.

La température de la filière, elle, ne semble pas influencer les dimensions du profilé de façon sensible. Etant donné que le PVC possède une faible diffusivité thermique, il est possible que la température de la filière n'affectent que très peu la température du polymère dans la filière (ie. convection beaucoup plus importante que la conduction). Ceci indique que la stratégie de contrôle multidimentionnel de Stevenson et al. (1986) et le contrôle par méthode thermale de Yang (1987) (pour l'extrusion de polystyrène) qui sont basés sur des changements de température de filière risque d'être moins efficaces pour modifier la forme de profilés en PVC.

Recapitulons maintenant les points importants, que nous avons noté à la section 4.3, qui sont d'un intérêt certain pour la conception de filière.

D'abord, le gonflement du PVC est fonction du rapport L/H et, à un moindre dégré, de la température du

139

Température de filière (°C)	Epaisseur h (mm)	
	Température du 170ºC	polymère 190°C
160	1.14	1.19
170	1.13	1.18
180	1.14	1.18
190	1.12	1.16

Tableau 4.3-1 : Effet de la température de polymère et de filière sur l'épaisseur d'un profilé rectangulaire.

polymère. De plus, le gonflement se produit préférentiellement sur la dimension d'épaisseur. L'utilisation d'un facteur de gonflement constant et isotrope en conception de filière semble donc inadéquate. La conception de filière pourrait être améliorée par l'utilisation de facteurs de gonflement pour l'épaisseur et pour la largeur qui serait fonction du ratio L/H.

Nous avons vu que l'augmentation du débit de l'extrudeuse et proportionnellement de la vitesse d'entrainement n'entraine pas de changement de forme du profilé.

Nous avons noté que l'étirement du profilé inhibe le gonflement et entraine une réduction plus importante de l'épaisseur que de la largeur. De plus, nous avons vu que l'augmentation de la température d'extrusion du polymère permet d'augmenter faiblement l'épaisseur.

## **Conclusions**

Le présent projet de recherche nous a permis de mieux comprendre le phénomène du gonflement postextrusion et de déterminer l'influence de divers paramètres d'opération et de géométrie de filière. Nous allons donc maintenant tirer les conclusions de ce travail et mettre en lumière les points que nous considérons importants.

- Le gonflement d'équilibre du HDPE est une fonction unique du temps de résidence. La vitesse de cisaillement et le rapport L/D n'influence le gonflement que par leur effet sur le temps de résidence dans la filière. L'effet de la température est aussi relativement négligeable.

- Le gonflement d'équilibre du PVC n'est pas typique du gonflement des autres thermoplastiques. Le gonflement est fonction du temps de résidence ainsi que de la longueur de filière et de la température. Ainsi, à temps de résidence égal, nous avons observé des gonflements plus élevés pour les courtes filières. A notre connaissance, un tel phénomène n'a jamais été rapporté pour des thermoplastiques. Nous avons proposé trois explications possibles: une première basée sur la présence de vortex en amont de la filière, une seconde basée sur le glissement à la paroi et une dernière basée sur le désenchevêtrement du polymère.

La température a un effet positif sur le gonflement du PVC. Ce comportement a été associé à la disparition progressive de la structure cristalline et de la morphologie hétérogène avec la température.

- Les faibles gonflements observés pour le PVC vont à l'encontre des tests rhéologiques dynamiques qui confèrent au PVC une plus grande élasticité qu'au HDPE. Ceci montre que les résultats de gonflement ne peuvent être utilisés comme mesure de l'élasticité du PVC. Les recouvrance, toutefois, tests de ont indiqué, à contrainte de cisaillement égale, une déformation recouvrable plus importante pour le HDPE. Ceci est conforme aux résultats de gonflement et indique que l'expérience de fluage-recouvrance est plus représentative du phénomène de gonflement que les tests dynamiques.

- La géométrie d'entrée dans une filière capillaire à aussi un effet sur le gonflement. Pour le HDPE, le gonflement augmente de façon monotone avec le ratio de contraction ce qui est un comportement prévisible puisque la contraction que subit le fluide devrait, à priori, être fonction du rapport de contraction géométrique de la filière. Dans le cas du PVC toutefois, on observe la présence d'un rapport de contraction critique pour lequel on obtient un gonflement maximum. Encore une fois, a notre connaissance, un tel comportement n'a jamais été rapporté pour un thermoplastique.

- Les résultats obtenus sur la dynamique du gonflement nous permettent de constater que, en présence d'étirement, le gonflement maximal atteint par l'extrudat est plus petit que le gonflement d'équilibre. De plus, ce gonflement maximal est fonction du ratio d'étirement. Il est atteint après un temps qui diminue en fonction du ratio d'étirement. Le gonflement maximal est atteint entre 0.5 et 1 seconde après la sortie de la filière pour le PVC et entre 2 et 4 secondes pour le HDPE.

- En extrusion d'un profilé rectangulaire mince en PVC, nous avons observé que la forme du profilé n'est pas fonction du débit d'extrusion. Par contre, l'étirement entraîne une réduction préférentielle de l'épaisseur à cause de l'inhibition du gonflement qui lui se manifeste principalement sur l'épaisseur. Pour un étirement donné, deux paramètres affectent la forme du profilé rectangulaire. D'abord, la longueur de la filière qui permet de modifier le gonflement atteint par l'extrudat et par le fait même permet de modifier préférentiellement l'épaisseur. Ensuite, la température qui elle aussi permet de modifier le gonflement et donc la forme du profilé.

## Recommendations

Un projet de recherche ne peut jamais être complet ou final. Il amène toujours dans son accomplissement de nouvelles questions. Ce travail sur le gonflement postextrusion ne fait pas exception et les  $\stackrel{\chi}{\sim}$ recommendations suivantes sont des avenues possibles pour des recherches ultérieures.

-La visualisation des écoulements en amont et dans la filière pourrait possiblement permettre de comprendre les différences fondamentales entre l'écoulement du PVC dans la filière et l'écoulement d'autres thermoplastiques.

- L'étude des changements dimensionnels pour des profilés plus complexes tels des profilés possédant des points de contact entre deux parois, des cavités creuses, ou des parois d'épaisseur différentes pourraient constituer une suite logique au présent projet.

- L'étude numérique des écoulements dans les filières d'extrusion avec des logiciels de simulation par éléments finis pourrait permettre d'évaluer qualitativement comment le gonflement peut être affecté par la présence de vortex en amont de la filière.

- Les dimensions des profilés ne sont qu'une de leurs spécifications. La résistance à l'impact, le fini de surface, la résistance aux radiations UV sont d'autres caractéristiques importantes. L'effet des conditions d'opération sur ces propriétés peut faire l'objet d'une étude intéressante.

- Un étude de l'effet de désenchevêtrement ( "shear refining") chez le PVC peut être intéressante étant donné sa nature particulaire.

- L'effet, d'une ou de plusieurs mises en oeuvre du PVC, sur sa structure cristalline et sa morphologie doit être étudié plus à fond pour permettre l'utilisation de PVC recyclé dans l'industrie du profilé.

- La composition en additifs de toute sorte dans le PVC rigide a un effet important sur sa rhéologie. Une étude de l'effet de la concentration de ces additifs sur la rhéologie et sur le gonflement postextrusion serait intéressante.

## BIBLIOGRAPHIE

Ajji A., Jérémie G., Rudin A., Schreiber H.P., "Effect of Aggregation States on some Properties of PVC Solids and Melts", J. Appl. Polym. Sci., 30, 1695 (1985).

Bagley E.B., Storey S.H., West D.C., "Post Extrusion Swelling of Polyethylene", J. Appl. Polym. Sci., 7, 1661 (1963).

Bagley E.B., Duffey H.J., "Recoverable Shear Strain and the Barus Effect in Polymer Extrusion", Trans. Soc. Rheol., 14, 545 (1970).

Barus C., Am. J. Sci., 45, 87 (1893).

Boger D.V., Hur D.U., Binnington R.J., "Further Observation of Elastic Effects in Tubular Entry Flows", J. Non-Newtonian Fl. Mech., 20, 31 (1986).

Braun I., Reiner M., "Problems of Cross Viscosity", Quart. J. Mech. Appl. Math. 5, 42, (1952).

Caswell B., Viriyayuthakorn, "Finite Element Simulation of Die Swell for a Maxwell Fluid", J. Non-Newtonian Fl.Mech., 12, 13 (1983).

Chiu W.Y., Shyu G.D., "Die Swell from Capillary and Slit die: A Theoretical Study", J. Appl. Polym. Sci., 35, 847, (1988).

Cox W.P., Merz E.H., "Correlation of Dynamic and Steady Flow Viscosity", J. Polym. Sci., 28, 619 (1958).

Crochet M.J., Keunings R., "Die Swell of a Maxwell Fluid: Numerical Prediction", J. Non-Newtonian Fl. Mech., 7, 199 (1980)

Crochet M.J., Keunings R., "On Numerical Die Swell Calculation", J. Non-Newtonian Fl. Mech., 10, 85 (1982-a)

Crochet M.J., Keunings R., "Finite Element Analysis of Die Swell of a Highly Elastic Fluid", J. Non-Newtonian Fl. Mech., 10, 339 (1982-b)

Dealy J., "Rheometers for Molten Polymers", Van Nostran Reinhold Company, New-York (1982).

Ferry J.D., "Viscoelastic Properties of Polymers", Wiley & Sons, New-York, 2<sup>ème</sup> édition, 1970.

Gomez I., "Engineering with rigid PVC", Plastic Eng./6, Dekker, New-york, 1984, P.120-123.

Graessley W.W., Glasscock S.D., Crawley R.L., "Die Swell in Molten Polymers", Trans. Soc. Rheol., 14, 519 (1970).

Griffith R.M., Tsai J.T., "Shape Changes during Drawing of Non-Circular Extruded Profiles", Polym. Eng. Sci., 20, 1181 (1980).

Guerrero S.J., Keller A., Soni P.L., Geil P.H., "A Study of Texture in PVC Gels by Infrared Dichroism and X-Ray Diffraction", J. Macromol. Sci.-Phys., b20, 161 (1981).

Guerrero S.J., Keller A., "The Gelation of PVC: Caracterization and control", J. Macromol. Sci.-Phys., B20, 167 (1981).

Hamielec L.A., Vlachopoulos J., "Influence of Long-Chain Branching on Extrudate Swell of Low Density Polyethylenes", J. Appl. Polym. Sci., 28, 2389 (1983). Han C.D., Charles M., Phillipoff, W., "Rheological Implications of the Exit Pressure and Die Swell in Steady Capillary Flow of Polymer Melts", Trans. Soc. Rheol., 14, 393 (1970).

Huang D.C., White J.L., "Extrudate Swell from Slit and Capillary Dies: An Experimental and Theoretical Study", Soc. Plast. Eng., 37<sup>th</sup> Antec, Greenwich, 1979, p.126.

Huang D.C., White J.L., "Extrudate Swell from Slit and Capillary Dies: An Experimental and Theoretical Study", Polym. Eng. Sci., 19, 609 (1979).

Huang D.C., White J.L., "Experimental and Theoretical Investigation of Extrudate Swell of Polymer Melts for Small (Lenght)/(Cross Section) ratio Slit and Capillary Dies", Polym. Eng. Sci., 20, 182 (1980).

Kalyon D.M., Kamal M.R., "An Experimental Investigation of Capillary extrudate Swell in relation to Parison Swell Behavior in Blow Molding", Polym. Eng. Sci., 26, 508 (1986). Koopsmans R.J., "Die Swell - Molecular Structure Model for Linear Polyethylene", J. Appl. Polym. Sci. part A, 26, 1157 (1988).

Krzewki R.J., Collins E.A., "Rheology of PVC compounds. I. Effet of processing variables on fusion", J. Macromol. Sci. - Phys., B20, 443 (1981).

Kumar R., O'Brien K., "Profile Extrusion of PVC through Rectangular Dies", Adv. Polym. Tech., 4, 317 (1984).

Leonov A.I., Prokunin A.N., "On the Streching and Swelling of an Elastic Liquid Extruded from a Capillary Die", Rheol. Acta, 23, 62 (1984).

Lodge A.S., "The Rheology of Elastomers", Edité par P.Mason et N. Wookey, Pergamon Press, New-York, 1958, P.70.

Marchal J.M., Crochet M.J., "A New Mixed Finite Element for Calculating Viscoelastic Flow", J. Non-Newtonian Fl. Mech., 26, 77, (1987). Meinecke E.A., Yau D.C., "A Theory to Predict Extrudate Swell", A.C.S. Rubber division meeting, paper No. 16, New-York, 1986.

Mendelson R.A., Finger F.L., "Die Swell and Recoverable Shear Strain in Polyethylene Extrusion", J. Polym. Sci.:part C, 35,177 (1971).

Mendelson R.A., Finger F.L., "Effect of Molecular Structure on Polyethylene Melt Rheology. III Effect of Long Chain Branching and of Temperature on Melt Elasticity in Shear", J. Appl. Polym. Sci., 17, 797 (1973).

Mendelson R.A., Finger F.L., "High Density Polyethylene melt elasticity - Some Anomalous Observations on the effects of Molecular Structure", J. Appl. Polym. Sci., 19, 1061 (1975).

Michaeli W., "Extrusion dies", Hanser publishers, Munich, 1984.

Middleman S., Gavis J., "Expansion and Contraction of Capillary Jets of Newtonian Liquids", Phys. Fluids, 4, 355 (1961). Mitsoulis E., Vlachopoulos J., Mirza F.A., "Simulation of Extrudate Swell from Long Slit and Capillary Dies", Poly. Proc. Eng., 2, 153 (1984).

Mitsoulis E., Vlachopoulos J., Mirza F.A., "A Numerical Study of the Effect of Normal Stresses and Elongational Viscosity on Entry Vortex Growth and Extrudate Swell", Polym. Eng. Sci., 25, 677 (1985).

Nakajima N., Shida M., "Viscoelastic Behavior of Polyethylene in Capillary Flow Expressed with Three Material Functions", Trans. Soc. Rheol., 10, 299, (1966).

Nakajima N., Collins E.A., "Anomalous Behavior of unplasticized PVC compounds in capillary flow", J. Appl. Polym. Sci., 22, 2435 (1978).

Nakajima N., "Effect of Heat History on Viscoelastic Properties of PVC Compounds at Processing Temperature", J. Macrom. Sci. -Phys., B20, 257 (1981).

Nickell R.E., Tanner R.I., Caswell B., "The Solution of Viscous Incompressible Jets and Free-Surface Flows using Finite Element methods", J. Fluid Mech., 65, 189 (1974). Ninomiya K., Ferry J.D., "Some Approximate Equations Useful in the Phenomenological Treatment on Linear Viscoelastic Data", J. Colloid Sci., 14, 36 (1959).

Pearson J.R.A., Trottnow R., "On Die Swell: Some Theoretical Results", J. Non-Newt. Fl. Mech., 4, 195 (1978).

Phuoc H.B., Tanner R.I., "Thermally-Induced Extrudate Swell", J. Fluid Mech., 98, 253 (1980).

Racin R., Bogue D.C., "Molecular Weight Effects in Die Swell and In Shear Rheology", J. Rheol., 23, 263 (1979).

Richardson S., "The Die Swell Phenomenon", Rheol. Acta, 9, 193, (1970).

Rokudai M., "Influence of Shearing History on the Rheological Properties and Processability of Branched Polymers. V. Effect of Molecular Structural Parameters on Die Swell of LDPE", J. Appl. Polym. Sci., 26, 1427 (1981).

Rogers M.G., "Some Studies on the Swelling Behavior of Polyethylene", J. Appl. Polym. Sci., 14, 1679 (1970).

Romanini D., Pezzin G., "Capillary Rheometry of Polypropylene: Influence of Molecular Weight on Die Swelling" Rheology 8th int. congress, 487 (1980).

Samara M., "Design and Construction of a Computerized Die Swell Apparatus", Mémoire de M.Ing., McGill U., Montréal, 1985.

Stevenson J.F., "Analysis of Extrudate Dimension: Die Design, Swell and Drawdown", Plast. Rubb. Process and Appl., 5, 325 (1985).

Stevenson J.F., Lee J.L., Griffith R.M., "Multidimentional Control of Profile Extrusion", Polym. Eng. Sci., 26, 233 (1986).

Stratton R.A., Butcher A.F., "Measures of Fluid Elasticity", J. Polym. Sci., A-2, 9, 1703 (1971).

Summers J.W., Rabinovitch E.B., "Use of acetone in determining poly(vinyl chloride) processing morphology and product morphology", J. Macromol. Sci. -Phys., B20, 219 (1981).

Tanner R.I., "A Theory of Die Swell", J. Polym. Sci., A-2, 8, 2067 (1970).

Tanner R.I., "Die-Swell Reconsidered: Some Numerical Solutions using a Finite Element Program", Appl. Polym. Symp. no20, 1973, p.201.

Tanner R.I., "A New Inelastic Theory of Die Swell", J.N.Newt.Fl.Mech., 6,289 (1980).

Truesdell C., "Modern Theories of Materials", Trans. Soc. Rheol., 4, 9 (1960).

Utracki L.A., "Melt Viscosity of Poly(Vinyl Chloride) Melt II. Shear Rate-Dependent Properties", J. Polym. Sci., 19, 563 (1974).

Utracki L.A., "Rheology of Poly(Vinyl Chloride) Melts II. Shear Rate-Dependent Properties", J. Polym. Sci., Phys. Ed., 12, 563 (1974).

Utracki L.A., Bakerdjian Z., Kamal M.R., "A Method for the Measurement of the True Die Swell of Polymer Melts", J. Appl. Polym. Sci., 19, 481 (1975). Utracki L.A., "Rheology of PVC. Part 5: Melt Elasticity", J. Vinyl Tech., 8, 156 (1986).

Villemaire J.P., "Contribution à l'étude de la rhéologie du PVC", Mémoire pour l'obtension du diplome d'ingénieur C.N.A.M., Paris, 1983.

Vlachopoulos J., Horie M., Lidokoris S., "An Evaluation of Expressions Predicting Die Swell", Trans. Soc. Rheol., 16, 669 (1972).

Vlcek J., "The Description of the Profile Balance and the Elastic Properties at Die Swell", Rheol. Acta, 21, 460 (1982).

White J.L., Roman J.F., "Extrudate Swell during the Melt Spinning of Fibers - Influence of Rheological Properties and Take-up Force", J. Appl. Polym. Sci., 20, 1005 (1976)

Wild L., Ranganath R., Knobeloch D.C., "Influence of Long-Chain Branching on the Viscoelastic properties of Low Density Polyethylene", Polym. Eng. Sci., 16, 811 (1976). Yamane H., White J.L., Oyangi Y., "Extrusion and Melt Spinning caracteristics of Thermally Degraded Polypropylene", Polym. Eng. Sci., 23, 516 (1978).

Yang B., "Non-Isothermal Flow of Polymer Melt and On Line Computer Control of Profile Extrusion Using Thermal Method", Thèse de Ph.D., Ohio State U., 1986.

Yang B., Lee J.L., "Effect of Die Temperature on The Flow of Polymer Melts. Part II: Extrudate Swell", Polym. Eng. Sci., 27, 1088 (1987).
#### APPENDICES

» را به

.

.

#### Appendice A: Résultats de viscosité

13

## Tableau A1: Viscosité $\eta$ du PVC en fonction de la vitesse de cisaillement réel $\gamma_{\rm w}$ .

Description	Ϋ́щ (1/s)	η (Pa.s)
PVC, 160°C (RHEQ. CAPIL.)	3.56E+00 7.13E+00 8.91E+00 1.43E+01 1.78E+01 3.56E+01	2.31E+04 1.67E+04 1.58E+04 1.38E+04 1.19E+04 8.97E+03
PVC, 170°C (RHEO. CAPIL.)	3.56E+00 7.13E+00 8.91E+00 1.43E+01 1.78E+01 3.56E+01	1.99E+04 1.42E+04 1.25E+04 1.04E+04 9.73E+03 7.58E+03
PVC, 180°C (RHEO. CAPIL.)	3.56E+00 7.13E+00 8.91E+00 1.43E+01 1.78E+01 3.56E+01 7.13E+01	1.75E+04 1.25E+04 1.10E+04 9.34E+03 8.21E+03 6.43E+03 4.65E+03
PVC, 190°C (RHEO. CAPIL.)	3.56E+00 7.13E+00 8.91E+00 1.43E+01 1.78E+01 3.56E+01 7.13E+01 1.43E+02	1.54E+04 9.79E+03 8.03E+03 6.86E+03 5.74E+03 4.17E+03 2.92E+03 2.25E+03

t-

Tableau Al (suite)

2

Description	Ϋ́₩ (1/s)	η (Pa.s)
PVC, 190°C (EXTRUDEUSE) L/D=15.6	2.84E+02 5.91E+02 8.44E+02 1.10E+03 1.35E+03	9.43E+02 5.60E+02 4.27E+02 3.43E+02 2.88E+02
PVC, 190°C (EXTRUDEUSE) L/D=23.6	6.73E+02 5.59E+02 3.87E+02 2.44E+02	5.08E+02 5.86E+02 7.73E+02 1.05E+03
PVC, 200°C (EXTRUDEUSE) L/D=15.6	5.15E+02 B.06E+02 B.B1E+02 1.06E+03 1.21E+03 1.55E+03 2.00E+03	5.77E+02 4.06E+02 3.83E+02 3.24E+02 2.95E+02 2.40E+02 1.93E+02
PVC, 200°C (EXTRUDEUSE) L/D=23.6	4.03E+02 5.98E+02 8.65E+02 1.12E+03 1.56E+03	6.64E+02 5.01E+02 3.79E+02 3.08E+02 2.30E+02

Description	<sup>Ϋ</sup> (1/s)	η (Pa.s)
PE, 170°C (RHED. CAP.)	7.47E+00 9.40E+00 1.52E+01 1.92E+01 3.89E+01 7.93E+01 9.97E+01 1.61E+02	6.82E+03 6.10E+03 4.69E+03 4.12E+03 2.63E+03 1.81E+03 1.60E+03 1.19E+03
PE, 190°C (RHED. CAPIL.)	9.05E+00 1.48E+01 1.86E+01 3.83E+01 7.84E+01 9.89E+01 1.61E+02 2.02E+02	5.27E+03 4.02E+03 3.54E+03 2.58E+03 1.57E+03 1.38E+03 1.03E+03 8.86E+02
PE, 210°C (RHEO.CAPIL)	1.48E+01 3.81E+01 7.78E+01 9.79E+01 1.59E+02 2.00E+02	3.56E+03 2.11E+03 1.41E+03 1.23E+03 9.35E+02 8.02E+02

÷

Tableau A2: Viscosité  $\eta$  du PE en fonction de la vitesse de cisaillement réel  $\dot{\gamma}_{\mu}$ .

#### Tableau A2 (suite)

Description	Ϋ́щ (1/s)	η (Pa.s)
PE, 190°C (EXTRUDEUSE) L/D=23.6	3.04E+02 5.21E+02 1.08E+03 1.61E+03 2.11E+03 3.03E+03	5.79E+02 4.02E+02 1.97E+02 1.53E+02 1.27E+02 9.73E+01
PE, 220°C (EXTRUDEUSE) L/D≈23.6	3.70E+02 6.28E+02 1.25E+03 1.88E+03 2.49E+03 3.66E+03 4.80E+03	4.02E+02 2.87E+02 1.82E+02 1.36E+02 1.06E+02 7.57E+01 6.31E+01

#### Appendice B: Résultats dynamiques (R.M.S.)

Tableau B1: Propriétés dynamiques du PVC et du PE

	ω	G /	G ' <i>'</i>	n*
	(rad/s)	(Pa)	(Pa)	(Pa.s)
₽∨C 190°C	1.00E-01 1.59E-01 2.51E-01 3.98E-01 6.31E-01 1.00E+00 1.59E+00 2.51E+00 3.98E+00 6.31E+00 1.00E+01 1.59E+01 2.51E+01 3.98E+01 6.31E+01 1.00E+02	4.68E+04 5.54E+04 6.30E+04 7.19E+04 8.20E+04 9.36E+04 1.07E+05 1.21E+05 1.39E+05 1.58E+05 1.80E+05 2.05E+05 2.33E+05 2.63E+05 3.30E+05	2.75E+04 3.04E+04 3.42E+04 3.87E+04 4.38E+04 4.97E+04 5.62E+04 6.34E+04 7.21E+04 8.15E+04 9.21E+04 1.03E+05 1.15E+05 1.27E+05 1.38E+05 1.49E+05	5.43E+05 3.99E+05 2.85E+05 2.05E+05 1.47E+05 1.06E+05 7.61E+04 5.45E+04 3.92E+04 2.81E+04 2.02E+04 1.45E+04 1.03E+04 7.34E+03 5.17E+03 3.62E+03
PE 170°C	1.00E-01 1.57E-01 2.51E-01 3.78E-01 6.31E-01 1.00E+00 1.57E+00 2.51E+00 3.78E+00 6.31E+00 1.00E+01 1.57E+01 2.51E+01 3.78E+01 6.31E+01 1.00E+02	2.48E+03 3.64E+03 5.36E+03 7.59E+03 1.05E+04 1.44E+04 1.93E+04 2.55E+04 3.34E+04 4.32E+04 5.51E+04 6.95E+04 8.69E+04 1.08E+05 1.32E+05 1.60E+05	4.84E+03 6.44E+03 8.47E+03 1.10E+04 1.41E+04 1.79E+04 2.23E+04 2.76E+04 3.38E+04 4.11E+04 4.95E+04 5.89E+04 6.96E+04 8.14E+04 9.44E+04 1.09E+05	5.43E+04 4.67E+04 3.99E+04 3.36E+04 2.79E+04 2.29E+04 1.86E+04 1.50E+04 1.19E+04 9.44E+03 7.41E+03 5.75E+03 4.43E+03 3.39E+03 2.57E+03 1.94E+03

Tableau B1 (suite)

•

3

	ω (rad/s)	G' (Pa)	G'' (Pa)	η* (Pa.s)
PE 190°C	1.00E-01 1.59E-01 2.51E-01 3.98E-01 6.31E-01 1.00E+00 1.59E+00 2.51E+00 3.98E+00 6.31E+00 1.00E+01 1.59E+01 2.51E+01 3.98E+01 6.31E+01 1.00E+02	1.90E+03 3.06E+03 4.45E+03 6.43E+03 8.89E+03 1.22E+04 1.66E+04 2.90E+04 3.77E+04 4.81E+04 6.11E+04 7.67E+04 9.53E+04 1.17E+05 1.43E+05	4.07E+03 5.54E+03 7.31E+03 9.52E+03 1.23E+04 1.56E+04 1.97E+04 2.45E+04 3.00E+04 3.67E+04 4.44E+04 5.31E+04 6.29E+04 7.40E+04 8.64E+04 1.00E+05	4.49E+04 3.99E+04 3.41E+04 2.88E+04 2.40E+04 1.98E+04 1.63E+04 1.31E+04 1.05E+04 8.33E+03 6.55E+03 5.11E+03 3.95E+03 3.03E+03 2.31E+03 1.75E+03
PE 210°C	1.00E-01 1.59E-01 2.51E-01 3.98E-01 6.31E-01 1.00E+00 1.59E+00 2.51E+00 3.98E+00 6.31E+00 1.00E+01 1.59E+01 2.51E+01 3.98E+01 6.31E+01 1.00E+02	1.53E+03 2.46E+03 3.58E+03 5.12E+03 7.22E+03 1.00E+04 1.36E+04 1.82E+04 2.39E+04 3.13E+04 4.03E+04 5.14E+04 6.48E+04 8.09E+04 1.00E+05 1.23E+05	3.38E+03 4.55E+03 6.04E+03 7.92E+03 1.03E+04 1.31E+04 1.67E+04 2.08E+04 2.57E+04 3.16E+04 3.84E+04 4.61E+04 5.50E+04 6.51E+04 7.66E+04 8.94E+04	3.71E+04 3.26E+04 2.79E+04 2.37E+04 1.99E+04 1.65E+04 1.36E+04 1.10E+04 8.82E+03 7.05E+03 5.57E+03 5.57E+03 3.38E+03 2.61E+03 2.00E+03 1.52E+03

#### Appencice C: Résultats de gonflement

# Tableau Cl: Gonflement d'équilibre (corrigé avec $\rho_{190\circ c}=1.31, \rho_{25\circ c}=1.43$ ) du PVC.

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PVC, 170°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE:180*	1.00E+01 2.00E+01 3.00E+01	1.56E+00 3.12E+00 4.47E+00	1.70E+01 1.74E+01 1.82E+01	1.30E+00 1.38E+00 1.43E+00
PVC, 180°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	1.00E+01 2.00E+01 3.00E+01 4.00E+01 5.00E+01	1.53E+00 2.99E+00 4.42E+00 5.92E+00 7.44E+00	1.44E+01 1.54E+01 1.65E+01 1.74E+01 1.80E+01	1.42E+00 1.49E+00 1.53E+00 1.54E+00 1.56E+00
PVC. 180°C L/D=3.9 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	1.00E+01 2.00E+01 3.00E+01 4.00E+01 5.00E+01	1.41E+00 2.80E+00 4.34E+00 5.89E+00 7.42E+00	1.45E+01 1.50E+01 1.70E+01 1.79E+01 1.90E+01	1.37E+00 1.44E+00 1.45E+00 1.47E+00 1.47E+00 1.49E+00
PVC, 180°C L/D=9.8 Contr.: 2:1 Angle:180°	8.00E+00 1.45E+01 1.96E+01	1.31E+00 2.30E+00 2.98E+00	2.60E+01 2.67E+01 2.70E+01	1.26E+00 1.34E+00 1.40E+00
PVC, 180°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	4.40E+00 1.14E+01 1.55E+01 2.10E+01 2.69E+01 3.20E+01	7.27E-01 1.77E+00 2.39E+00 3.20E+00 4.05E+00 4.77E+00	2.29E+01 2.56E+01 2.65E+01 2.73E+01 2.78E+01 2.86E+01	1.24E+00 1.29E+00 1.34E+00 1.37E+00 1.40E+00 1.42E+00

#### Tableau C1 (suite)

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PVC, 190°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	7.00E+00 1.10E+01 1.60E+01 1.96E+01 2.35E+01 2.86E+01	5.58E-01 1.33E+00 1.99E+00 2.61E+00 3.37E+00 4.01E+00	8.41E+00 1.08E+01 1.19E+01 1.25E+01 1.32E+01 1.39E+01	1.44E+00 1.52E+00 1.56E+00 1.60E+00 1.63E+00 1.64E+00
PVC, 190°C L/D=4 CONTR.: 4:1 ANGLE: 180°	7.00E+00 1.10E+01 1.60E+01 1.96E+01 2.35E+01 2.86E+01 	1.05E+00 1.68E+00 2.39E+00 2.89E+00 3.55E+00 4.25E+00 4.95E+00	1.05E+01 1.14E+01 1.24E+01 1.29E+01 1.35E+01 1.41E+01 1.45E+01	1.47E+00 1.51E+00 1.53E+00 1.55E+00 1.56E+00 1.57E+00 1.58E+00
PVC, 190° L/D=10 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	4.10E+00 7.20E+00 9.90E+00 1.25E+01 1.50E+01 1.95E+01	5.09E-01 8.86E-01 1.25E+00 1.55E+00 1.85E+00 2.43E+00	1.56E+01 1.83E+01 1.96E+01 2.07E+01 2.12E+01 2.20E+01	1.35E+00 1.37E+00 1.39E+00 1.42E+00 1.44E+00 1.47E+00
PVC, 190°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE: 90°	5.60E+00 7.00E+00 8.50E+00 9.90E+00 1.11E+01 1.24E+01 1.50E+01 1.70E+01 1.93E+01 2.06E+01	7.26E-01 9.28E-01 1.12E+00 1.29E+00 1.44E+00 1.58E+00 1.91E+00 2.21E+00 2.53E+00 2.70E+00	1.63E+01 1.74E+01 1.82E+01 1.88E+01 1.92E+01 1.96E+01 2.04E+01 2.09E+01 2.15E+01 2.16E+01	1.38E+00 1.40E+00 1.41E+00 1.42E+00 1.43E+00 1.44E+00 1.44E+00 1.47E+00 1.49E+00 1.50E+00 1.51E+00

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PVC, 190°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	5.90E+00 9.70E+00 1.24E+01 1.73E+01 2.40E+01	9.32E-01 1.27E+00 1.58E+00 2.18E+00 2.98E+00	1.75E+01 1.90E+01 1.98E+01 2.11E+01 2.19E+01	1.36E+00 1.37E+00 1.39E+00 1.40E+00 1.44E+00
PVC, 190°C	1.20E+01	1.43E+00	2.92E+01	1.34E+00
L/D=15.6	1.00E+01	1.11E+00	2.77E+01	1.33E+00
CONTR.: 2:1	7.00E+00	8.13E-01	2.59E+01	1.31E+00
ANGLE:180°	4.10E+00	4.50E-01	2.21E+01	1.31E+00
PVC, 190°C L/D=15.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	4.20E+00 8.00E+00 1.24E+01 1.61E+01 1.90E+01	4.74E-01 9.86E-01 1.41E+00 1.83E+00 2.26E+00	2.09E+01 2.58E+01 2.81E+01 2.94E+01 3.03E+01	1.31E+00 1.32E+00 1.34E+00 1.36E+00 1.37E+00
PVC, 190°C	1.00E+01	1.01E+00	3.85E+01	1.35E+00
L/D=23.6	8.50E+00	8.63E-01	3.72E+01	1.31E+00
CONTR.: 2:1	6.50E+00	6.33E-01	3.43E+01	1.30E+00
ANGLE:180°	4.00E+00	3.81E-01	2.94E+01	1.30E+00
PVC, 190°C	1.11E+01	1.12E+00	3.76E+01	1.31E+00
L/D=23.6	9.20E+00	9.34E-01	3.60E+01	1.30E+00
CONTR.: 4:1	6.50E+00	6.46E-01	3.29E+01	1.30E+00
ANGLE: 180°	4.20E+00	4.08E-01	2.81E+01	1.29E+00

#### Tableau Cl (suite)

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PVC, 200°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE: 180°	6.70E+00 1.73E+01 2.90E+01 4.14E+01 5.40E+01	1.01E+00 2.39E+00 4.08E+00 5.83E+00 7.67E+00	8.27E+00 1.08E+01 1.21E+01 1.40E+01 1.51E+01	1.53E+00 1.61E+00 1.65E+00 1.70E+00 1.69E+00
PVC, 200°C	6.90E+00	1.06E+00	8.13E+00	1.53E+00
L/D=3.9	1.73E+01	2.47E+00	1.03E+01	1.58E+00
CONTR.: 4:1	2.90E+01	4.35E+00	1.22E+01	1.61E+00
ANGLE: 90°	4.11E+01	6.28E+00	1.37E+01	1.63E+00
PVC, 200°C L/D=9.8 CONTR.: 2:1 ANGLE: 180°	6.80E+00 1.24E+01 1.72E+01 2.18E+01 3.02E+01	9.46E-01 1.64E+00 2.24E+00 2.83E+00 4.05E+00	1.56E+01 1.81E+01 1.92E+01 2.01E+01 2.13E+01	1.39E+00 1.44E+00 1.45E+00 1.48E+00 1.52E+00
PVC, 200°C	6.80E+00	1.04E+00	8.27E+00	1.53E+00
L/D=3.9	1.73E+01	2.47E+00	1.04E+01	1.56E+00
CONTR.: 4:1	2.90E+01	4.32E+00	1.23E+01	1.60E+00
ANGLE:180°	3.87E+01	5.75E+00	1.40E+01	1.61E+00
PVC, 200°C	6.90E+00	9.74E-01	1.63E+01	1.37E+00
L/D=9.8	1.10E+01	1.51E+00	1.81E+01	1.39E+00
CONTR.: 4:1	1.72E+01	2.32E+00	1.94E+01	1.44E+00
ANGLE:90°	2.66E+01	3.70E+00	2.12E+01	1.47E+00

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PVC, 200°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	6.70E+00 1.50E+01 1.75E+01 2.41E+01 2.90E+01 4.12E+01 5.41E+01	8.79E-01 1.86E+00 2.35E+00 2.84E+00 3.46E+00 5.15E+00 6.96E+00	1.51E+01 1.83E+01 1.91E+01 1.98E+01 2.06E+01 2.33E+01 2.47E+01	1.39E+00 1.44E+00 1.47E+00 1.47E+00 1.49E+00 1.50E+00 1.51E+00
PVC, 200°C L/D=15.6 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	6.90E+00 1.13E+01 1.50E+01 1.95E+01 2.41E+01 2.86E+01	8.93E-01 1.43E+00 1.90E+00 2.40E+00 2.96E+00 3.56E+00	2.29E+01 2.58E+01 2.74E+01 2.84E+01 2.91E+01 2.99E+01	1.36E+00 1.37E+00 1.39E+00 1.40E+00 1.42E+00 1.45E+00
PVC, 200°C L/D=15.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	6.85E+00 1.24E+01 1.72E+01 2.18E+01 2.78E+01	9.09E-01 1.56E+00 2.15E+00 2.73E+00 3.54E+00	2.31E+01 2.63E+01 2.79E+01 2.88E+01 3.00E+01	1.36E+00 1.37E+00 1.39E+00 1.41E+00 1.43E+00
、 PVC, 200°C L/D=23.6 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	6.10E+00 9.00E+00 1.30E+01 1.72E+01 2.41E+01	6.94E-01 1.03E+00 1.49E+00 1.94E+00 2.76E+00	2.98E+01 3.32E+01 3.60E+01 3.80E+01 3.97E+01	1.34E+00 1.36E+00 1.37E+00 1.37E+00 1.37E+00 1.39E+00
PVC, 200 L/D=23.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	6.10E+00 9.00E+00 1.31E+01 1.72E+01 2.41E+01	7.12E-01 1.06E+00 1.53E+00 1.98E+00 2.76E+00	2.94E+01 3.29E+01 3.61E+01 3.80E+01 3.96E+01	1.34E+00 1.36E+00 1.37E+00 1.37E+00 1.37E+00 1.39E+00

### Tableau C2: Gonflement d'équilibre (corrigé avec

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PE, 190°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	B.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	8.80E-01 1.50E+00 2.97E+00 4.49E+00 5.84E+00 8.50E+00	4.62E+00 5.65E+00 6.48E+00 7.10E+00 7.79E+00 8.96E+00	1.97E+00 2.10E+00 2.25E+00 2.33E+00 2.36E+00 2.39E+00
PE, 190°C L/D=3.9 CONTR.: 4:1 ANGLE: 90°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	8.80E-01 1.50E+00 2.99E+00 4.51E+00 5.89E+00 8.56E+00	4.14E+00 4.96E+00 6.27E+00 6.62E+00 7.10E+00 8.13E+00	2.15E+00 2.24E+00 2.32E+00 2.43E+00 2.52E+00 2.64E+00
PE, 190°C - L/D=3.9 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.80E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 1.11E+02	8.78E-01 1.52E+00 2.96E+00 4.47E+00 5.87E+00 1.07E+01	4.00E+00 4.96E+00 5.24E+00 6.20E+00 7.03E+00 8.69E+00	2.11E+00 2.19E+00 2.34E+00 2.45E+00 2.55E+00 2.68E+C0
PE, 190°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	8.37E-01 1.45E+00 2.92E+00 4.35E+00 5.67E+00 8.20E+00	8.20E+00 9.86E+00 9.99E+00 1.19E+01 1.32E+01 1.50E+01	1.88E+00 1.92E+00 2.06E+00 2.14E+00 2.21E+00 2.29E+00

 $\rho_{190°C} = 0.76$ ,  $\rho_{25°C} = 0.95$ ) du PE.

#### Tableau C2 (suite)

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PE, 190°C L/D=15.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.40E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	7.97E-01 1.37E+00 2.80E+00 4.19E+00 5.45E+00 7.85E+00	1.23E+01 1.48E+01 1.50E+01 1.77E+01 1.96E+01 2.18E+01	1.75E+00 1.80E+00 1.93E+00 2.01E+00 2.10E+00 2.20E+00
PE, 190°C L/D=23.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.40E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	6.73E-01 1.15E+00 2.38E+00 3.56E+00 4.67E+00 6.70E+00	1.81E+01 2.15E+01 2.18E+01 2.53E+01 2.75E+01 3.03E+01	1.66E+00 1.73E+00 1.86E+00 1.94E+00 1.99E+00 1.99E+00
PE, 220°C L/D=3.9 CONTR.: 2:1 ANGLE:180°	B.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	9.14E-01 1.56E+00 3.08E+00 4.64E+00 6.09E+00 8.86E+00	4.00E+00 4.89E+00 6.27E+00 7.17E+00 7.86E+00 8.82E+00	2.02E+00 2.08E+00 2.15E+00 2.22E+00 2.24E+00 2.42E+00
PE, 220°C L/D=3.9 CONTR.: 4:1 ANGLE: 90°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01	9.26E-01 1.58E+00 3.12E+00 4.67E+00 6.11E+00 8.98E+00	3.65E+00 4.41E+00 5.65E+00 6.48E+00 7.10E+00 8.06E+00	2.13E+00 2.22E+00 2.29E+00 2.36E+00 2.47E+00 2.58E+00

Description	N (rpm)	Q (mL/s)	∆P (MPa)	d/D
PE, 220°C′ L/D=3.9 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01 1.20E+02	9.27E-01 1.58E+00 3.13E+00 4.69E+00 6.16E+00 9.01E+00 1.22E+01	4.41E+00 5.17E+00 6.34E+00 7.17E+00 7.79E+00 8.48E+00 9.31E+00	2.03E+00 2.11E+00 2.25E+00 2.38E+00 2.52E+00 2.59E+00 2.73E+00
PE, 220°C L/D=9.8 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01 1.20E+02	8.88E-01 1.51E+00 3.01E+00 4.52E+00 5.89E+00 8.64E+00 1.15E+01	7.03E+00 8.55E+00 1.08E+01 1.23E+01 1.31E+01 1.43E+01 1.55E+01	1.93E+00 1.97E+00 2.01E+00 2.08E+00 2.20E+00 2.22E+00 2.35E+00
PE, 220°C L/D=15.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01 1.20E+02	8.51E-01 1.44E+00 2.86E+00 4.31E+00 5.68E+00 8.35E+00 1.09E+01	1.07E+01 1.29E+01 1.62E+01 1.83E+01 1.87E+01 2.03E+01 2.21E+01	1.83E+00 1.85E+00 1.92E+00 1.96E+00 2.05E+00 2.08E+00 2.19E+00
PE, 220°C L/D=23.6 CONTR.: 4:1 ANGLE:180°	8.50E+00 1.50E+01 3.00E+01 4.50E+01 6.00E+01 9.00E+01 1.20E+02	B.03E-01 1.36E+00 2.71E+00 4.09E+00 5.41E+00 7.94E+00 1.04E+01	1.52E+01 1.85E+01 2.32E+01 2.63E+01 2.71E+01 2.84E+01 3.10E+01	1.74E+00 1.76E+00 1.81E+00 1.88E+00 1.96E+00 2.07E+00 2.13E+00

#### Appendice D: Résultats de profil de diamètre

.

Tableau D1: Profil de diamètre du PVC pour quatre vitesses d'étirement pour un débit de 1.13ml/s à 195°C et pour la filière de L/D de 3.9.

Distance (mm)		Diame	ètre d/D		
()	U (m/s)				
	0.066	0.11	0.15	0.35	
0.00	1 00	1 00	1 00	1 00	
10.00	1 26	1 10	1 14	1 17	
20.00	1 31	1 27	1 10	1 1 4	
50.00	1.40	1:23	1.27	1 17	
60.00	1.38	1.28	1 22	1 1 7	
99.00	1.48	1.33	1.24	1.11	
130.00	1.48	1.30	1.21	1.06	
220.00	1.49	1.24	1.13	0.94	
480.00	1.47	1.17	1.06	0.82	
600.00	1.46	1.15	1.02	0.83	
1000.00	1.46	1.14	1.00	0.71	
final (25°C)	1.38	1.09	0.92	0.61	
					-

#### Tableau D2: Profil de diamètre du PE pour quatre vitesses d'étirement pour un débit de 1.13ml/s à 195°C et pour la filière de L/D de 3.9.

Distance (mm)		Diamèt	re d/D	
()	U (m/s)			
	0.12	0.18	0.26	0.56
		1		
0.00	1.00	1.00	1.00	1.00
1.00	1.26	1.26	1.27	1.25
2.00	1.35	1.33	1.33	1.32
3.00	1.38	1.37	1.38	1.36
4.00	1.39	1.39	1.39	1.40
5.00	1.42	1.41	1.41	1.41
6.00	1.43	1.44	1.43	1.42
7.00	1.46	1.45	1.44	1.43
8.00	1.46	1.46	1.45	1.44
9.00	1.49	1.48	1.47	1.45
10.00	1.50	1.49	1.48	1.46
20.00	1.57	1.55	1.54	1.52
42.00	1.64	1.61	1.60	1.57
60.00	1.71	1.68	1.65	1.62
75.00	1.74	1.68	1.65	1.64
86.00	1.76	1.70	1.68	1.64
90.00	1.73	1.68	1.65	1.61
128.00	1.80	1.74	1.70	1.66
174.00	1.80	1.72	1.68	1.60
205.00	1.81	1.74	1.69	1.63
251.00	1.82	1.71	1.66	1.56
430.00	1.82	1.69	1.59	1.47
630.00	1.72	1.55	1.46	1.31
930.00	1.58	1.40	1.29	1.10
11/0.00	1.54	1.34	1.22	1.03
final (25°C)	1.10	0.91	0.76	0.52
1				

•

