

COMMENT TRACER UN RHEOGRAMME A L'AIDE D'UN APPAREIL DE TYPE MFI ?

Les appareils de type [M3350](#) sont généralement utilisés dans les chaînes de contrôles qualités pour valider la stabilité de l'indice de fluidité au cours de la production ou pour vérifier la conformité de la matière commandée avant mise en œuvre. Pourtant, il peut très souvent s'avérer nécessaire de tracer au moins une fois le rhéogramme du polymère afin de connaître son comportement et d'optimiser si besoin ses conditions de mise en œuvre. Celui-ci représente l'évolution de la viscosité en fonction du gradient de vitesse. En fonction du procédé (rotomoulage, calandrage, extrusion, injection, etc.), il est ainsi plus simple d'optimiser les conditions de mise en œuvre.

A. CALCULS

Le rhéogramme est la courbe de la variation de la viscosité dynamique μ (en Pa.s) en fonction du gradient de vitesse γ (en s^{-1}). Comment passer du MFI (exprimé en g/10min) à une viscosité ? En utilisant tout simplement les équations qui régissent l'écoulement des fluides dans un capillaire.

1) Calcul du gradient de vitesse

Le **gradient de vitesse γ** dépend du **débit volumique Q** (en $m^3.s^{-1}$) et du rayon du capillaire r (en m).

$$\gamma = \frac{4 \times Q}{\pi \times r^3}$$

Q peut être déterminé en divisant le volume V de masse m extrudé au cours du temps t . Ainsi :

$$V = \frac{m}{\rho}$$

Soit :

$$Q = \frac{m}{\rho \times t} = \frac{MFI}{\rho \times 600}$$

Finalement :

$$\gamma = \frac{4 \times MFI}{\pi \times r^3 \times \rho \times 600}$$

2) Calcul de la viscosité

La **viscosité μ** correspond à la **contrainte de cisaillement τ divisée par le gradient de vitesse γ** .

La contrainte de cisaillement τ dépend de la pression P exercée en entrée de filière, c'est-à-dire de la force F exercée par les poids (de masse M) disposés sur le MFI, du rayon R du cylindre chauffant et de la longueur L capillaire.

$$P = \frac{F}{\pi \times R^2} = \frac{M \times g}{\pi \times R^2}$$

D'où :

$$\tau = \frac{P \times r}{2 \times L} = \frac{M \times g \times r}{\pi \times R^2 \times 2 \times L}$$

Ainsi, la viscosité exprimée en fonction du MFI s'écrit :

$$\mu = \frac{M \times g \times r^4 \times \rho \times 600}{8 \times R^2 \times L \times MFI}$$

3) Correction de Rabinowitsch

Les calculs présentés ci-dessus concernent les fluides newtoniens. Les thermoplastiques ont, dans la très grande majorité des cas, un comportement non-newtonien ce qui impose de **corriger le gradient de vitesse**. Une première approche réaliste du comportement rhéologique est la loi puissance symbolisée par la loi d'Oswald :

$$\tau = k \times \gamma^n$$

Avec k , une constante du liquide et n l'indice d'écoulement (auss appelé indice de pseudoplasticité). Quand le fluide est newtonien, n est égal à 1. Pour déterminer n , on trace la courbe $\ln \tau = n \ln \gamma + \ln k$, n étant la pente et $\ln k$ l'ordonnée à l'origine. Si n est différent de 1, il convient de corriger le gradient de vitesse à l'aide de l'équation suivante :

$$\gamma_{réel} = \frac{(3n + 1)}{4n} \times \gamma$$

Le **gradient de vitesse réel $\gamma_{réel}$** est ensuite utilisé pour calculer la **viscosité réelle $\mu_{réel}$** .

B. METHODE

Les essais ont été réalisés sur un MFI [M3350](#) ($R = 4,95$ mm) à 190°C . Les dimensions de la filière utilisée sont :

- Rayon $r = 0,5$ mm ;
- Longueur $L = 25$ mm.

La série de masses utilisées (en kg) est la suivante :

2,16 – 5 – 6,89 – 10 – 12,5 – 14,75 – 17,25 – 19,5 –
22,25 – 24 – 27 – 28,9 – 31,7 – 33,5

Pour chaque masse utilisée, cinq valeurs de MFI ont été relevées.

C. RESULTATS

Les contraintes et les gradients de vitesse apparents ont été calculés à partir des données des essais MFI.

La courbe $\text{Ln } \tau = f(\text{Ln } \gamma)$ a été tracée afin de déterminer l'indice de pseudoplasticité n et d'effectuer la correction de Rabinowitsch.

On peut alors calculer la viscosité et le gradient de vitesse réels. Le rhéogramme obtenu (Figure 2) permet de déterminer le comportement rhéologique du polymère, sa viscosité newtonienne μ_0 et le gradient de vitesse critique γ_c , qui donne une indication du moment où le comportement du polymère passe de newtonien à rhéofluidifiant.

D'après le rhéogramme, dans la partie newtonienne : $\text{Ln } \mu_0 \approx 8,65$ donc $\mu_0 \approx 5700$ Pa.s.

Le changement de comportement rhéologique a lieu vers $\text{Ln } \gamma = 0,8$ environ soit : $\gamma \approx 2,23$ s⁻¹.

Au-delà, le polymère a un comportement rhéofluidifiant. La pente n est égale à $-0,45$ et l'ordonnée à l'origine $\text{Ln } K$ est égale à 9. L'équation rhéologique sur cette partie de la courbe étant de type loi d'Oswald, s'écrira donc :

$$\mu = 8310 \times \gamma^{-0,45}$$

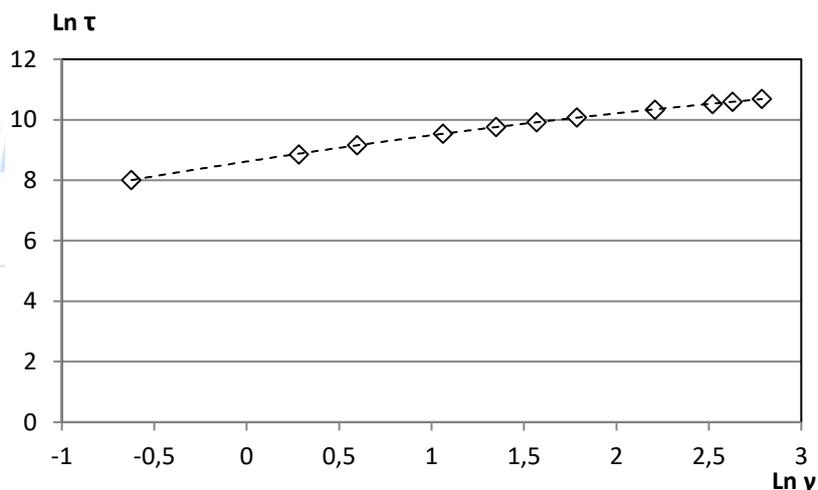


Figure 1 : Courbe $\text{Ln } \tau = f(\text{Ln } \gamma)$ pour la correction de Rabinowitsch

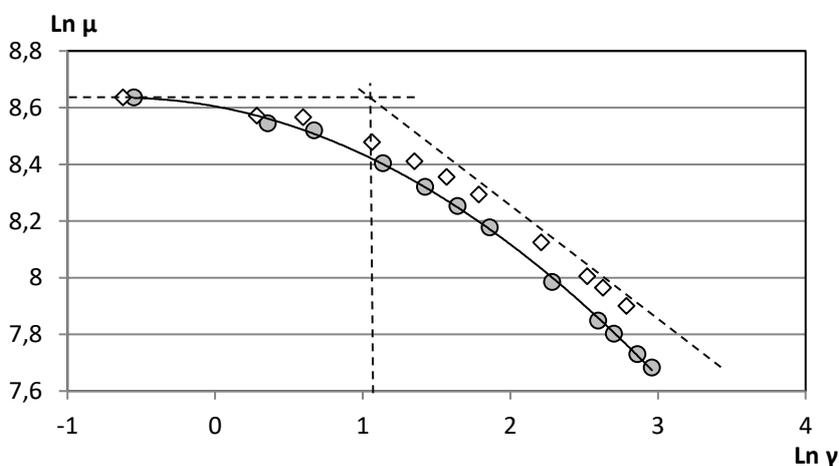


Figure 2 : Rhéogramme apparent (losanges blancs) et rhéogramme réel (ronds gris).

D. CONCLUSION

Comme vous pouvez le voir, il est assez simple de tracer un rhéogramme sans posséder de rhéomètre sophistiqué. Ici, avec un MFI et un jeu de 4 masses différentes, nous avons fait varier la contrainte (nous aurions aussi pu jouer sur les dimensions de la filière). En appliquant ensuite des équations rhéologiques simples, nous avons été en mesure de tracer le rhéogramme du polymère étudié et ainsi connaître son comportement rhéologique à 190°C. L'optimisation de process est donc bien plus aisée pour l'opérateur qui

pourra adapter ses conditions de mise en œuvre afin de réduire les coûts (diminution de temps de cycle) et/ou d'améliorer la qualité de sa production (réduction des déchets, amélioration de l'aspect, etc.).

Dans le second article consacré à l'étude du comportement rhéologie des plastiques à l'aide d'un [MFI](#), nous étudierons l'influence de la température sur la viscosité.



Références bibliographiques

- [1] A. V. Shenoy, S. Chattopadhyay & V. M. Nadkarni, *From melt flow index to rheogram*, Rheol. Acta 22 (1983) 90-101
- [2] ISO 1133 : Plastiques - Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR)
- [3] ASTM D1238: Standard Test Method for Melt Flow Rates of Thermoplastics by Extrusion Plastometer

[4] ASTM D3364: Standard Test Method for Flow Rates for Poly(Vinyl Chloride) with Molecular Structural Implications

[Autres] BS 2782, JIS K7210, etc...

