



Etude expérimentale du défaut hélicoïdal d'un polystyrène en écoulement

Christelle Combeaud, Yves Demay, Bruno Vergnes

► To cite this version:

Christelle Combeaud, Yves Demay, Bruno Vergnes. Etude expérimentale du défaut hélicoïdal d'un polystyrène en écoulement. *Rhéologie*, 2003, 4, pp. 50-57 - <http://www.legfr.fr/larevue/?Page=article&Vol=0004&NumArticle=4>. hal-00509539

HAL Id: hal-00509539

<https://minesparis-psl.hal.science/hal-00509539>

Submitted on 13 Aug 2010

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Etude expérimentale du défaut hélicoïdal d'un polystyrène en écoulement

C. Combeaud, Y. Demay et B. Vergnes

*Centre de Mise en Forme des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, UMR CNRS 7635,
BP 207, 06904 Sophia Antipolis Cedex, France*

Reçu le 23 juillet 2003 – Version finale acceptée le 14 octobre 2003

Résumé : l'objet de cet article est la caractérisation expérimentale de l'instabilité hélicoïdale observée lors de l'écoulement d'un polystyrène en géométrie axisymétrique. C'est en effet en rhéométrie capillaire que l'étude du défaut s'avère la plus simple : l'extrudat présente, au delà d'un certain débit, des distorsions hélicoïdales très nettes. L'étude présentée s'attache à décrire l'influence des conditions d'écoulement (géométrie, température...) sur le déclenchement de cette instabilité. Par ailleurs, une quantification du défaut en terme de périodicité révèle que la fréquence caractéristique de l'instabilité repose sur les propriétés viscoélastiques du polymère utilisé. Il semblerait, en outre, que l'initiation du défaut hélicoïdal soit liée au caractère élongationnel de l'écoulement dans le convergent.

Mots-clé : *polystyrène, instabilité hélicoïdale, rhéométrie capillaire*

Abstract : this paper deals with an experimental characterisation of the helical defect in polystyrene extrusion. In capillary rheometry, the extrudate presents, above a critical flow rate, perfect helical distortions. The present work aims at describing the influence of flow conditions (geometry, temperature...) on the onset of the defect. Moreover, quantifying the instability periodicity leads to the conclusion that the instability frequency depends on the polymer viscoelastic properties. It also appears that the onset of the defect is linked with the extensional flow conditions in the convergent.

1. Introduction

Lors de l'extrusion de polymères à travers une filière, différentes instabilités d'écoulement peuvent apparaître, même à des nombres de Reynolds très faibles. Ces défauts ont une importance industrielle car ils limitent la productivité des procédés d'extrusion. On distingue plusieurs types de défauts, qui affectent la surface ou le volume de l'extrudat ("peau de requin", défaut oscillant, défaut hélicoïdal, défaut chaotique), et qui s'inscrivent usuellement au sein de deux grandes catégories, relatives respectivement au cas des polymères linéaires et ramifiés. Nous renvoyons le lecteur à l'abondante littérature publiée, résumée dans quelques revues pertinentes [1,2].

Les travaux présentés ici se limitent à l'étude de l'instabilité dite hélicoïdale, que l'on rencontre lors de l'extrusion de polymères fondus ramifiés ou à forte composante élastique. Même s'il est admis que cette instabilité se développe dans la région d'entrée de la filière, l'origine du défaut est à l'heure actuelle toujours mal comprise. Son initiation est souvent caractérisée par des débits, des taux de cisaillement ou des contraintes de cisaillement "critiques".

Malheureusement, la pertinence de ces grandeurs physiques est limitée puisque l'on sait qu'elles dépendent fortement des conditions d'écoulement (géométrie, température...) [3,4]. De plus, des données relatives au cisaillement semblent peu adaptées pour quantifier un écoulement d'entrée dominé par l'élongation.

Cette étude propose dans un premier temps de mettre en évidence les paramètres d'extrusion (température, longueur et diamètre d'écoulement) déterminants quant au déclenchement de l'instabilité. Le développement du défaut sera par la suite quantifié en terme de fréquence. Nous verrons que cette fréquence est elle aussi tributaire des conditions d'écoulement imposées. Enfin, une estimation de la contrainte élongationnelle à l'initiation de l'instabilité montrera qu'il s'agit peut être d'une grandeur physique pertinente, caractéristique du défaut étudié.

2. Etude expérimentale

Le polymère utilisé est un polystyrène commercial dont les caractéristiques moléculaires sont résumées ci-après :

Densité à 23°C (g/cm ³)	1,047
Densité à 200°C (g/cm ³)	0,973
M _n (g/mol)	136 100
M _w (g/mol)	295 600
M _z (g/mol)	461 500
M _w / M _n	2,17

Table 1. Caractéristiques moléculaires du polystyrène utilisé.

L'étude a été réalisée avec un rhéomètre capillaire à pré-cisaillement, le Rhéoplast[®] (Courbon, France). Les filières utilisées ont une entrée conique de demi-angle 45 degrés et les diamètres D sont de 0.93, 1.39, 2.0 et 3.0 mm. Les rapports de longueurs L/D disponibles sont de 0 (filière orifice), 4, 8, 16 et 32. A chaque extrusion, les extrudats sont recueillis avec précaution et refroidis à l'air libre, avant caractérisation ultérieure. On pourrait penser que cette façon de faire pourrait perturber les mesures effectuées, en raison du retrait du polystyrène pendant son refroidissement. Si les mesures de dimensions (pas, diamètre) peuvent en effet être légèrement affectées en valeur absolue, les comparaisons faites pour différents diamètres ou différentes longueurs restent valables. De plus, la façon dont sont mesurés les volumes ou les fréquences des instabilités reste insensible à la manière dont s'est effectué le refroidissement. Une mesure directe en sortie de filière aurait été plus difficile, sans être plus précise.

3. Courbes d'écoulement apparentes et aspect des extrudats

Les expériences présentées à la Figure 1 ont été effectuées à une température de 200 °C, avec des capillaires de diamètre 1.39 mm et différentes longueurs.

La courbe d'écoulement (pression en fonction du taux de cisaillement apparent) indique les différentes zones de débit où apparaissent les défauts (séparées par des traits). Figurent par ailleurs quelques photos des extrudats prélevés pour différents débits d'écoulement dans le cas du rapport L/D nul.

A très faible débit, l'extrudat est lisse, aussi bien visuellement qu'au toucher (Figure 1a). Pour un taux de cisaillement de l'ordre de 100 s⁻¹, on constate qu'une légère hélice se forme sur la surface de l'extrudat (Figure 1b). Pour des débits plus importants (Figures 1c à 1f), l'hélice formée devient de plus en plus prononcée (le pas et le diamètre hélicoïdaux augmentent). Elle se caractérise par une périodicité que l'on peut qualifier de rigoureuse.

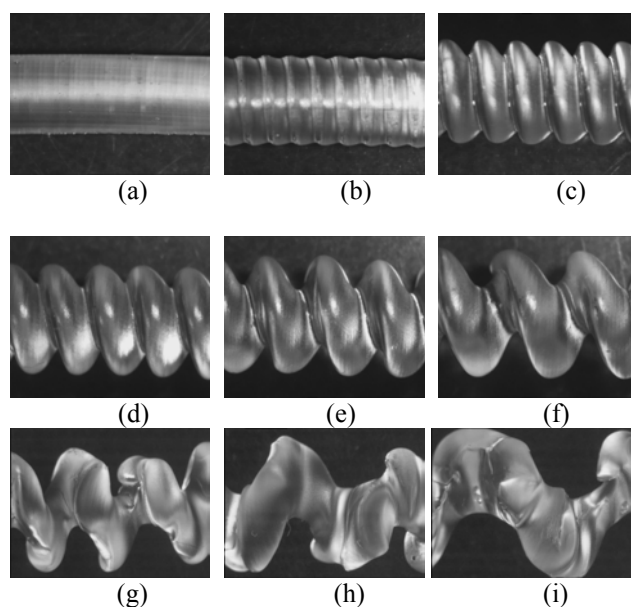
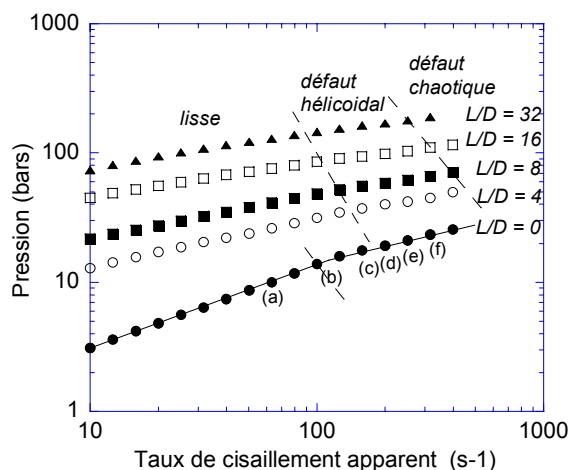


Figure 1. Courbes d'écoulement apparentes à 200 °C pour le diamètre 1.39 mm et aspect des extrudats associés ($L/D \approx 0$).

Pour des taux de cisaillement supérieurs à 316 s⁻¹, l'hélice dégénère (la forme géométrique n'est plus respectée). Elle présente cependant toujours une certaine organisation : le défaut se situe alors dans la transition entre l'instabilité hélicoïdale et chaotique (Figures 1g et 1h). Pour des débits encore plus élevés, l'extrudat devient complètement chaotique et il n'existe plus aucune organisation périodique.

On remarque qu'il existe une rupture de pente prononcée dans le cas du rapport L/D nul près de la transition entre un extrudat d'aspect lisse et un extrudat présentant une légère hélice, ce qui est caractéristique de ce type d'instabilité [5,6].

A chaque prélèvement d'extrudat, le sens de l'écoulement a été relevé. On remarque que le sens de l'hélice (droite ou gauche) semble aléatoire à l'apparition du défaut hélicoïdal (aucune corrélation

n'a pu être effectuée entre le sens de l'hélice relevé et les différentes géométries utilisées (L/D , D). Malgré tout, une fois que la première hélice a été formée dans un certain sens, les hélices formées pour des débits plus élevés conservent le même sens. Ce phénomène est observable sur la séquence de photos de la Figure 1.

4. Pression critique d'apparition

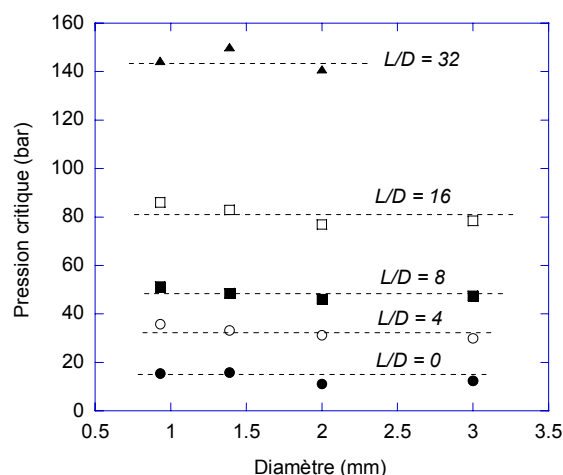


Figure 2. Variation de la pression critique en fonction du diamètre, à 200 °C, pour différents rapports L/D .

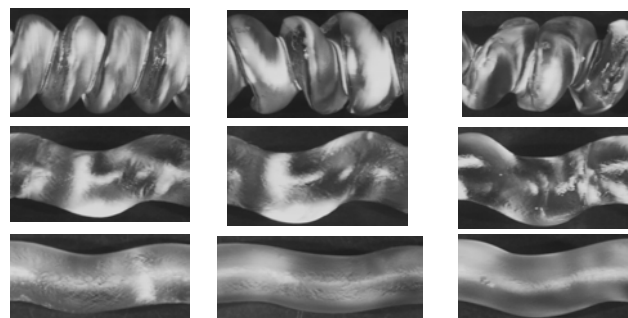
On peut voir sur la Figure 1 que, suivant la géométrie du capillaire (diamètre et longueur), l'apparition du défaut se fait à des valeurs différentes du taux de cisaillement. L'utilisation d'une filière plus courte permet en effet de repousser l'instabilité à des débits plus importants [7,8]. Notons toutefois que cette observation n'est pas valable dans le cas de la filière orifice, pour laquelle le déclenchement du défaut est singulier, quel que soit le diamètre de filière considéré.

Par contre, pour un rapport L/D donné, les niveaux de pression relevés sont, aux incertitudes de mesure près, indépendants du diamètre de filière considéré (Figure 2).

Il semble donc que l'apparition du défaut soit plus liée à un paramètre de contrainte qu'à une vitesse de cisaillement (débit) critique. Ce point sera développé au paragraphe 7 ci-après.

5. Etude et quantification du défaut hélicoïdal

Les photos de la Figure 3 montrent l'influence de la longueur de la filière sur la forme des extrudats, pour plusieurs débits d'écoulement.



$\dot{\gamma} = 200 \text{ s}^{-1}$

$\dot{\gamma} = 251 \text{ s}^{-1}$

$\dot{\gamma} = 316 \text{ s}^{-1}$

Figure 3. Aspect d'extrudats à 200 °C, avec une filière de 3 mm de diamètre pour différents rapports L/D (de haut en bas, 0, 4 et 8) et différents taux de cisaillement.

La sévérité des distorsions d'extrudats semble diminuer quand la longueur d'écoulement de la filière augmente, ce qui est communément rapporté dans la littérature [3,4,9].

Le défaut hélicoïdal possède la particularité d'être très bien défini. Nous avons donc effectué des mesures dimensionnelles de pas et de diamètre hélicoïdaux (Figure 4). Le phénomène de retrait lié au refroidissement est alors largement présent, mais on a supposé qu'il s'effectuait de manière homogène le long de l'extrudat et donc ne perturbait pas la comparaison quantitative de pas et diamètres hélicoïdaux d'une condition d'écoulement à une autre.

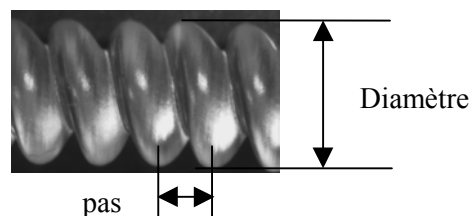


Figure 4. Principe de quantification du défaut hélicoïdal.

On peut voir sur la Figure 5 que le pas de l'hélice (ainsi que son diamètre, non présenté ici) est une fonction linéaire croissante du taux de cisaillement apparent, du diamètre et du rapport L/D de la filière utilisée. Ainsi, l'apparente diminution de la sévérité du défaut quand L/D augmente (Figure 3) est simplement due à l'augmentation du pas de l'hélice, rendant l'aspect de l'extrudat plus "rectiligne".

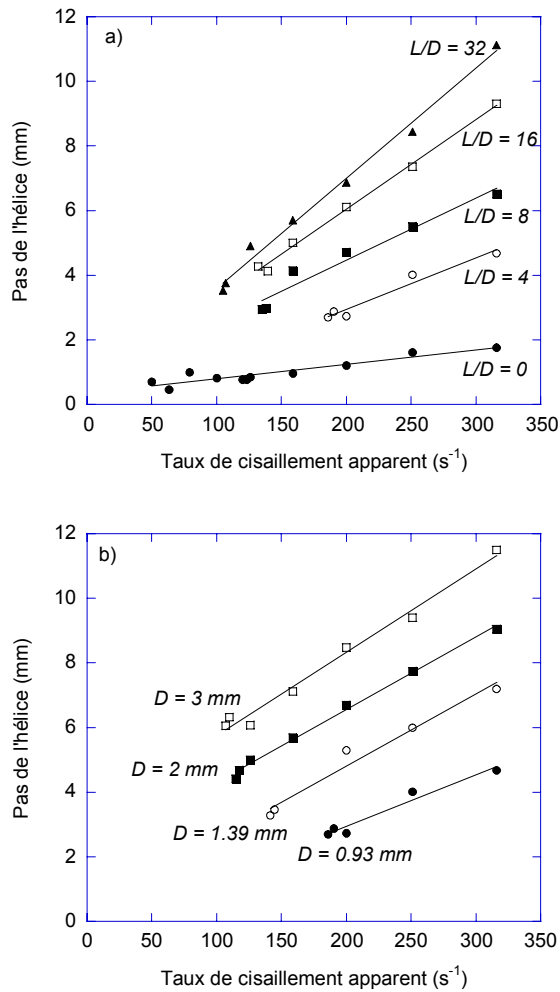


Figure 5. Variation du pas de l'hélice en fonction du taux de cisaillement apparent, à 200 °C, (a) pour des filières de diamètre 0.93 mm et différents rapports L/D, (b) pour des filières de rapport L/D = 4 et différents diamètres.

Par pesée, il est possible de déterminer le volume d'une spire extrudée, à partir de la masse de l'extrudat et de son nombre de périodicités hélicoïdales :

$$V = \frac{M}{n\rho} \quad (1)$$

où M est la masse de l'extrudat, n le nombre de spires et ρ la masse volumique du polystyrène à 200°C. Puisque l'extrusion est effectuée à débit volumique Q imposé, on peut également calculer une fréquence propre à l'instabilité. Elle s'écrit :

$$f = \frac{Q}{V} = \frac{Qn\rho}{M} \quad (2)$$

Comme expliqué plus haut, cette détermination est très précise, y compris pour des extrudats refroidis et de pas très important, pour lesquels d'autres techniques seraient plus délicates.

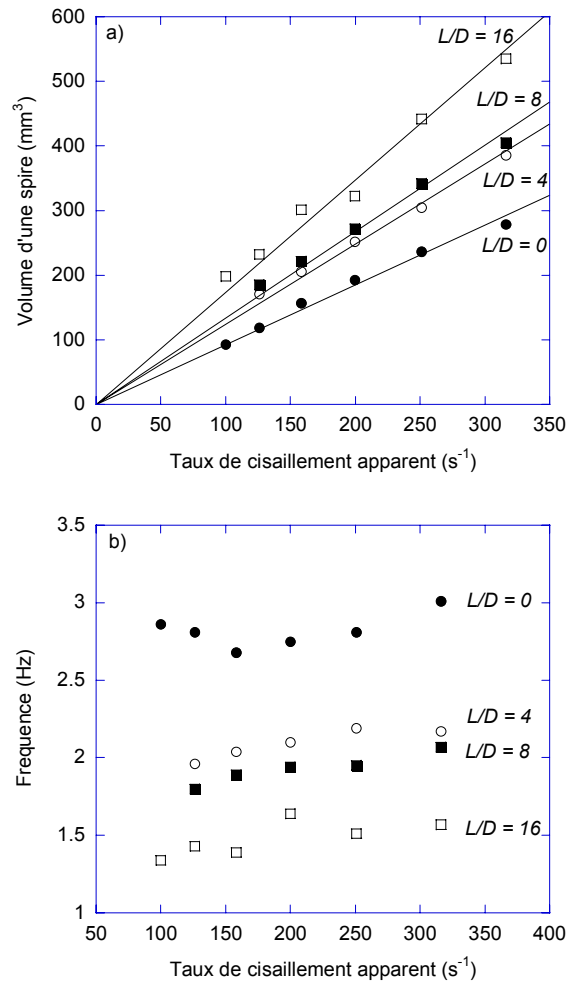


Figure 6. Variation (a) du volume d'une spire hélicoïdale et (b) de la fréquence de l'instabilité en fonction du taux de cisaillement apparent (200°C, D = 3 mm, quatre rapports L/D).

La Figure 6 présente l'évolution du volume hélicoïdal et de la fréquence en fonction du taux de cisaillement apparent.

Les courbes obtenues montrent que, quel que soit le rapport L/D , le volume d'une spire augmente de façon linéaire avec le taux de cisaillement, alors que la fréquence de l'instabilité reste constante. La fréquence est d'autant plus élevée que le rapport L/D est faible, alors que le volume mis en jeu augmente avec L/D . Ainsi, l'atténuation du défaut pour les capillaires longs, citée dans la littérature [3,4,9], semble n'être qu'un artefact, dû comme indiqué plus haut à une simple apparence morphologique de l'extrudat (pas plus important, donc aspect plus "lisse").

Le développement du défaut hélicoïdal s'effectue donc suivant une fréquence définie, imposée par la géométrie de l'écoulement (D , L/D). Quand le débit augmente, cette fréquence reste constante, avec une

évolution croissante de l'ampleur des volumes hélicoïdaux.

Il a été observé dans la littérature que la fréquence du défaut en sortie et celle des pulsations des franges de biréfringence en amont de la filière sont identiques [10,11]. Ainsi, sans aucun amortissement de fréquence le long du capillaire, il apparaît évident que la fréquence de l'instabilité à son initiation, à l'entrée du convergent, est différente d'une longueur d'écoulement à l'autre. La longueur de la filière aurait donc une influence, non pas sur l'amortissement de l'instabilité le long de l'écoulement et en sortie de filière, mais plutôt sur l'ampleur et la fréquence de l'instabilité à son apparition même. Des observations directes de l'écoulement amont, qui ont fait l'objet d'une autre étude en filière plate transparente, viennent confirmer cette hypothèse [12].

6. Influence de la température

On a par ailleurs effectué des essais à différentes températures (180, 200 et 220 °C). On constate sur la Figure 7 que le taux de cisaillement critique lié à l'apparition du défaut hélicoïdal est décalé vers des valeurs plus faibles à des températures plus faibles [13].

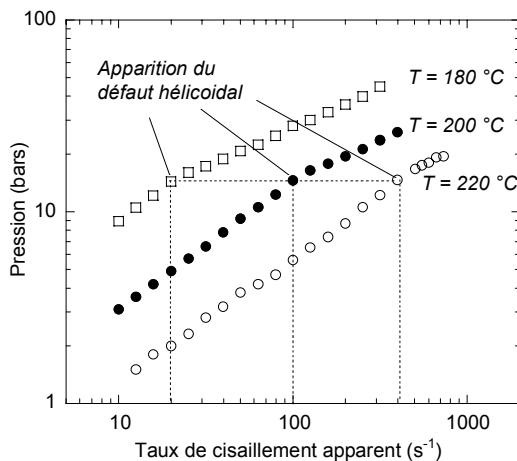


Figure 7. Courbes d'écoulement apparentes à 180°C, 200°C et 220 °C ($D = 1.39\text{ mm}$, $L/D \approx 0$).

Chaque courbe présente une rupture de pente à l'apparition du défaut. En outre, les pressions relatives au déclenchement de l'instabilité sont très proches. Ceci confirme le fait que l'initiation du défaut a lieu pour un certain niveau de contrainte, indépendante de la température [7,13] (les courbes apparentes se superposent parfaitement selon le principe de superposition temps/température). Les courbes d'écoulement (et leur rupture de pente respective) peuvent donc se déduire les uns des

autres à partir d'une seule courbe à une température donnée et du facteur de glissement a_T (défini en rhéométrie dynamique). Le déclenchement de l'instabilité est donc thermodépendant et prévisible grâce au principe de superposition temps/température.

Par contre, les courbes de quantification (pas, diamètre de l'hélice) obtenues à différentes températures ne possèdent pas les mêmes pentes et ne sont en aucun cas superposables (Figure 8). Il n'est donc pas possible de prédire directement la morphologie de l'extrudat affecté du défaut à partir des données d'une température (le cas du diamètre hélicoïdal présente les mêmes conclusions).

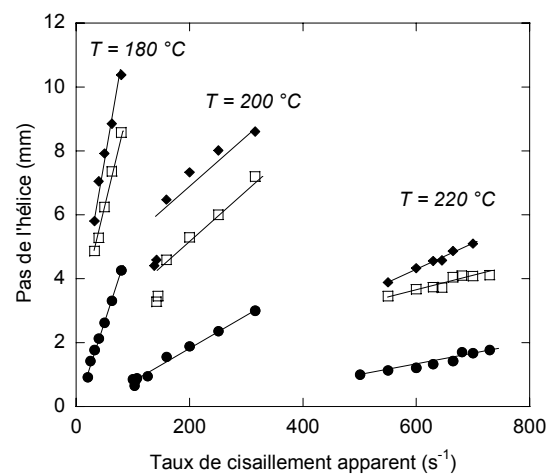


Figure 8. Variation du pas hélicoïdal en fonction du taux de cisaillement apparent, pour des températures de 180, 200 et 220 °C ($D = 1.39\text{ mm}$, $\bullet$: $L/D = 0$, $\square$: $L/D = 4$, $\blacklozenge$: $L/D = 8$).

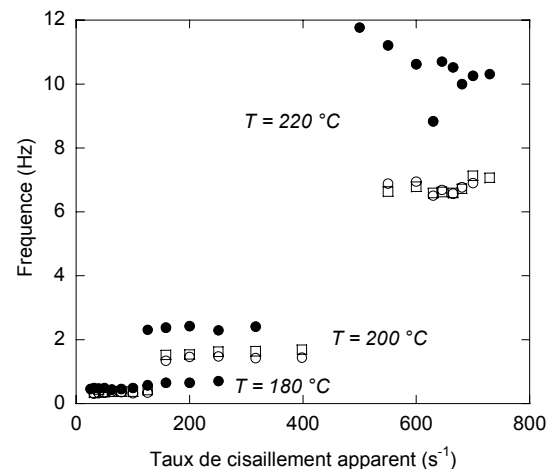


Figure 9. Variation de la fréquence de l'instabilité avec le taux de cisaillement apparent, pour des températures de 180, 200 et 220 °C ($D = 1.39\text{ mm}$, $\bullet$: $L/D = 0$, $\square$: $L/D = 4$, $\circ$: $L/D = 8$).

Par ailleurs, une mesure de fréquence a pu être menée, comme précédemment, pour différentes températures (Figure 9). Les fréquences obtenues sont de l'ordre de 0.5, 1.5 et 7 Hz pour les températures de 180, 200 et 220 °C, respectivement. La fréquence de l'instabilité augmente donc de façon conséquente avec la température d'écoulement.

Si l'on applique le principe de superposition temps/température (avec les mêmes facteurs de glissement a_T que précédemment) à la fois aux fréquences et aux taux de cisaillement apparents, on obtient une courbe maîtresse pour chaque L/D (Figure 10).

En conclusion, le défaut hélicoïdal est très thermodépendant. Son déclenchement, ainsi que sa fréquence propre, obéissent au principe de superposition temps/température. Les propriétés viscoélastiques du polymère étudié sont donc clairement impliquées dans l'expression même du comportement instable du polymère en écoulement.

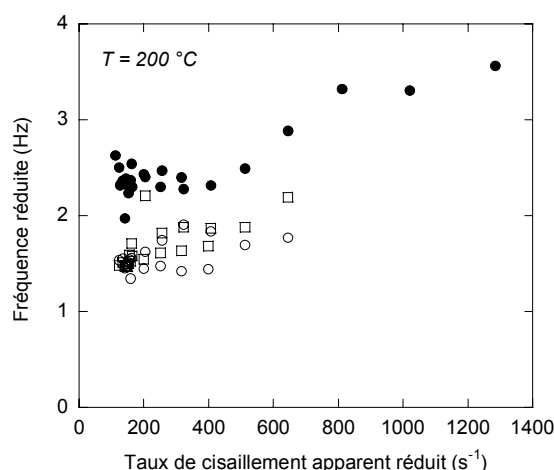


Figure 10. Application du principe de superposition temps/température sur les fréquences (température de référence 200 °C, $D = 1.39$ mm, ● : $L/D = 0$, □ : $L/D = 4$, ○ : $L/D = 8$).

7. Critères de déclenchement de l'instabilité

Il existe dans la littérature de nombreuses définitions de paramètres critiques, censés définir les conditions de déclenchement de l'instabilité. De manière générale, ces critères s'appliquent aussi bien à l'instabilité hélicoïdale qu'au défaut chaotique, ce qui rend souvent les conclusions assez confuses.

7.1 Contrainte élongationnelle critique

Cogswell [14] a proposé un mode de traitement des données concernant les pressions d'entrée, qui

permet d'en déduire une estimation de la viscosité et de la contrainte représentatives des effets élongationnels d'un écoulement dans une contraction. Bien que controversée, cette méthode est d'un emploi très facile et a été utilisée par la plupart des auteurs ayant abordé ce sujet [10,15]. La contrainte s'exprime comme suit :

$$\sigma_{el} = \frac{3}{8}(n+1)P \quad (3)$$

où P est la pression mesurée avec une filière orifice (pression d'entrée) et n l'indice de la loi puissance.

A l'apparition du défaut hélicoïdal, on a pu calculer les contraintes élongationnelles critiques pour différentes géométries et températures d'écoulement (Figure 11).

On constate que la contrainte élongationnelle critique varie légèrement (de 0.5 à 0.9 MPa) suivant la géométrie utilisée et est peu sensible à la température imposée. Elle pourrait donc constituer un critère pertinent, caractéristique de l'amorçage du défaut. Ce paramètre a déjà été proposé par Kim et Dealy [15,16], qui donnent des valeurs de 1,7 à 3,7 MPa pour l'apparition du défaut chaotique pour une série de polyéthylènes linéaires, et par Goutille et al. [10], qui observent des valeurs de 0,7 à 1,9 MPa pour des copolymères SBR de différentes structures moléculaires.

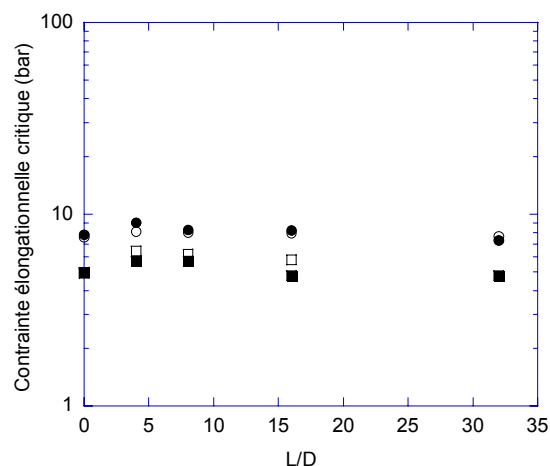


Figure 11. Variation de la contrainte élongationnelle critique pour différents diamètres (● : $D = 0.93$ mm, ○ : $D = 1.39$ mm, ■ : $D = 2$ mm, □ : $D = 3$ mm) et longueurs de filière.

7.2 Taux de déformation élongationnel critique

Un autre critère relatif au caractère élongationnel de l'écoulement dans le convergent est proposé par Cogswell [14]. Il s'agit du taux de déformation élongationnel, qui s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_{el} = \frac{4\eta\dot{\gamma}_{app}^2}{3(n+1)P} \quad (4)$$

où $\dot{\gamma}_{app}$ est le taux de cisaillement apparent de l'écoulement aval et η la viscosité correspondante. A l'apparition de l'instabilité, les valeurs critiques que l'on a pu calculer sont tracées sur la Figure 12a.

Si le taux de déformation critique est très dépendant de la température [15], on note cependant qu'il ne dépend pas de la géométrie d'écoulement (diamètre et longueur de filière).

Si l'on applique le principe de superposition temps/température, les courbes se superposent une fois de plus, suivant un même niveau de taux de déformation élongationnel, voisin de 9 s^{-1} (Figure 12b).

L'élongation dans l'écoulement semble donc être à l'origine de la déstabilisation de celui-ci. Nos résultats confirment que le taux de déformation élongationnel et la contrainte élongationnelle, même s'ils sont estimés ici de manière approchée, semblent être des critères pertinents.

7. 3 Discussion

Les observations issues de la littérature montrent (par biréfringence d'écoulement [11,12,17] ou à l'aide de traceurs colorés [18,19]) que le défaut hélicoïdal est initié dans la région d'entrée de l'écoulement. Les résultats mettent en évidence des dissymétrisations de l'écoulement amont, plus précisément au niveau de la contraction. L'origine physique capable d'expliquer l'initiation de la déstabilisation de l'écoulement est toujours à l'heure actuelle peu comprise. Néanmoins, on sait, à l'échelle macroscopique, que le fluide est soumis à d'importantes sollicitations élongationnelles dans la direction de l'écoulement. L'angle formé entre l'écoulement principal et les écoulements secondaires (dans le cas d'une filière à fond plat) traduit la capacité d'un polymère à s'orienter, se déformer et à s'écouler dans une contraction. Cet angle est propre à chaque polymère fondu [4]. Si l'on admet que le caractère très élongationnel de l'écoulement suffit au déclenchement du défaut hélicoïdal [15], contrainte et taux de déformation élongationnels critiques pourraient traduire la réponse viscoélastique ultime du polymère au moment de la déstabilisation de l'écoulement.

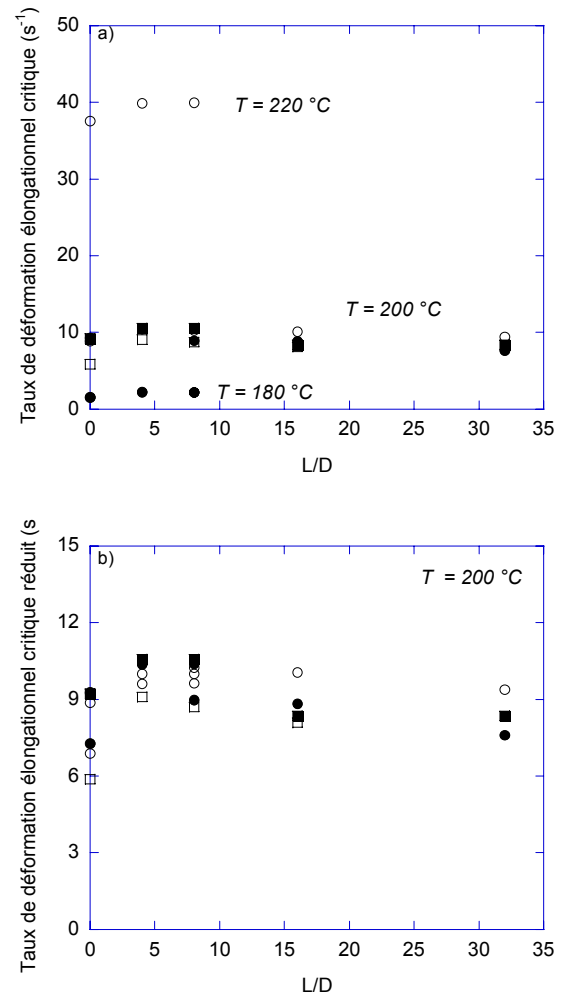


Figure 12. Variation du taux de déformation élongationnel critique (a) pour des températures de 180, 200 et 220°C , avec différents diamètres (● : $D = 0.93 \text{ mm}$, ○ : $D = 1.39 \text{ mm}$, ■ : $D = 2 \text{ mm}$, □ : $D = 3 \text{ mm}$) et différentes longueurs de filière, (b) après application du principe de superposition temps/température (température de référence de 200°C).

8. Conclusion

L'étude de l'écoulement axisymétrique d'un polystyrène nous a permis de mettre en évidence certains paramètres influant sur le déclenchement du défaut hélicoïdal. Dans le cas de l'amorçage de l'instabilité, les grandeurs caractéristiques dites « critiques » sont relatives à des pressions (donc à des contraintes) et non à des vitesses d'écoulement (taux de cisaillement apparent).

De plus, à son apparition, le défaut possède une certaine fréquence qui n'évolue pas ensuite avec le débit, contrairement aux volumes hélicoïdaux qui augmentent de façon linéaire. De plus, la longueur de la filière a une influence, non pas sur l'amortissement de l'instabilité le long du capillaire, mais sur

l'ampleur et la fréquence de l'instabilité à son apparition même, soit à l'entrée du capillaire.

Par ailleurs, pour différentes températures, le défaut apparaît pour les mêmes niveaux de pression, mais est repoussé à des taux de cisaillement plus importants si l'on utilise des températures plus élevées. On note une bonne superposition, selon le principe temps/température, des ruptures de pente des courbes d'écoulement apparentes, propres à l'apparition du défaut. On a pu de plus remarquer que les fréquences de l'instabilité, très différentes d'une température à l'autre, peuvent se superposer toujours selon l'application du principe de superposition temps/température. Ceci montre que l'instabilité est très fortement liée aux paramètres viscoélastiques du polymère, qui régissent à la fois son déclenchement et son expression propre (notamment en terme de fréquence).

Il semble que le défaut, qui est initié à l'entrée du capillaire, dépende fortement du caractère très élongationnel de l'écoulement dans le convergent.

La contrainte et le taux de déformation élongationnels apparaissent comme d'intéressants critères susceptibles de traduire pertinemment le déclenchement de l'instabilité.

Remerciements

Ce travail a été effectué dans le cadre du projet 3PI, financé par la Commission Européenne (5^{ème} PCRD, programme GROWTH, projet G5RT-2000-00238).

Références

- [1] Larson, R.G. *Instabilities in viscoelastic flows*, Rheol. Acta, 31, 213-263 (1992).
- [2] Denn, M.M. *Extrusion instabilities and wall slip*, Ann. Rev. Fluid Mech., 33, 265-287 (2001).
- [3] Tordella, J.P. *Unstable flow of molten polymers*, Rheology, 5, 57-92 (1969).
- [4] Ballenger, T. F., Chen, I. J., Crowder, J. W., Hagler, G. E., Bogue, D. C., White, J. L. *Polymer melt flow instabilities in extrusion: investigation of the mechanism and material and geometric variables*, Trans. Soc. Rheol., 2, 195-215 (1971).
- [5] Den Otter, J. L. *Mechanisms of melt fracture*, Plast. & Polym., 38, 155 (1970).
- [6] Piau, J.M., El Kissi, N., Tremblay, B. *Influence of upstream instabilities and wall slip on melt fracture and sharkskin phenomena during silicone extrusion through orifice dies*, J. Non Newt. Fluid Mech., 34, 145-180 (1990).
- [7] Kazatchkov, I.B., Hatzikiriakos, S.G., Stewart C.W., *Extrudate distortion in the capillary/slit extrusion of a molten polypropylene*, Polym. Eng. Sci., 35, 1864-1871 (1995).
- [8] Meller, M., Luciani, A., Sarioglu, A., Manson, J-A.E. *Flow through a convergence. Part 1: critical conditions for unstable flow*, Polym. Eng. Sci., 42, 611-633 (2002).
- [9] Baik, J.J., Tzoganakis C., *A study of extrudate distortion in controlled-rheology polypropylenes*, Polym. Eng. Sci., 38, 274-281 (1998).
- [10] Goutille, Y., Majeste, J.C., Tassin, J.F., Guillet, J., *Molecular structure and gross melt fracture triggering*, J. Non Newt. Fluid Mech., 111, 175-198 (2003).
- [11] Legrand, F., Piau J.M., *Spatially resolved stress birefringence and flow visualization in the flow instabilities of a polydimethylsiloxane extruded through a slit die*, J. Non Newt. Fluid Mech., 77, 123-150 (1998).
- [12] Combeaud, C., Demay, Y., Vergnes, B. *Experimental study of the helical defect in polystyrene extrusion*, J. Non-Newt. Fluid Mech., soumis pour publication.
- [13] Vlachopoulos, J., Lidorikis, S., *Melt fracture of polystyrene*, Polym. Eng. Sci., 11, 1-5 (1971).
- [14] Cogswell, F. N. *Converging flow of polymer melts in extrusion dies*, Polym. Eng. Sci., 12, 64-73 (1972).
- [15] Kim, S., Dealy, J. M. *Gross melt fracture of polyethylenes I. A criterion based on tensile stress*, Polym. Eng. Sci., 42, 482-494 (2002).
- [16] Kim, S., Dealy, J. M. *Gross melt fracture of polyethylenes II. Effects of molecular structure*, Polym. Eng. Sci., 42, 495-503 (2002).
- [17] Muller, R., Vergnes, B. *Validity of the stress optical law and application of birefringence to polymer complex flows*, in J. M. Piau and J. F. Agassant, editors, *Rheology for Polymer Melts Processing*, Rheology series, 5. Elsevier (1996).
- [18] Tordella, J. P. *Capillary flow of molten polyethylene, a photographic study of melt fracture*, Trans. Soc. Rheol., 1, 203-212 (1957).
- [19] Bagley, E. B., Birks, A M. *Flow of polyethylene into a capillary*, J. Appl. Phys., 31, 556-561 (1960).