

---

---

**Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR)**

*Plastics — Determination of the melt mass-flow rate (MFR) and the melt volume-flow rate (MVR) of thermoplastics*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1133:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1133:2005](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005>

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	3
5 <b>Appareillage</b> .....	3
5.1 <b>Plastomètre d'extrusion</b> .....	3
5.2 <b>Équipement accessoire</b> .....	6
6 <b>Échantillon d'essai</b> .....	7
6.1 <b>Forme de l'échantillon</b> .....	7
6.2 <b>Conditionnement</b> .....	7
7 <b>Étalonnage de la température, nettoyage et entretien de l'appareillage</b> .....	7
7.1 <b>Étalonnage du système de régulation de la température</b> .....	7
7.2 <b>Nettoyage de l'appareillage</b> .....	8
8 <b>Mode opératoire A: Méthode de mesurage de la masse</b> .....	8
8.1 <b>Choix de la température et de la charge</b> .....	8
8.2 <b>Nettoyage</b> .....	8
8.3 <b>Choix de la masse de l'échantillon et chargement du cylindre</b> .....	9
8.4 <b>Mesurages</b> .....	10
8.5 <b>Expression des résultats</b> .....	10
9 <b>Mode opératoire B: Méthode de mesurage du volume déplacé</b> .....	11
9.1 <b>Choix de la température et de la charge</b> .....	11
9.2 <b>Distance minimale de déplacement du piston</b> .....	11
9.3 <b>Chronomètre</b> .....	11
9.4 <b>Prétraitement pour l'essai</b> .....	11
9.5 <b>Mesurages</b> .....	11
9.6 <b>Expression des résultats</b> .....	12
10 <b>Rapport des vitesses d'écoulement (FRR)</b> .....	12
11 <b>Fidélité</b> .....	13
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	13
<b>Annexe A (normative) Conditions d'essai pour la détermination du MFR et du MVR</b> .....	14
<b>Annexe B (informative) Conditions spécifiées dans les Normes internationales pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud des matériaux thermoplastiques</b> .....	15

## Avant-propos

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

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

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

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 1133 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1133:1997), dont les articles sur le contrôle de la température ont fait l'objet d'une révision technique pour améliorer la clarté de l'exposé.

ISO 1133:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005>

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

# Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux modes opératoires pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud des matériaux thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR), dans des conditions définies de température et de charge. Le mode opératoire A est une méthode de mesurage de la masse, le mode opératoire B une méthode de mesurage du volume déplacé. En principe, les conditions d'essai pour la détermination du MFR sont spécifiées dans la norme relative au matériau avec une référence à la présente Norme internationale. Les conditions normalement utilisées pour l'essai des matériaux thermoplastiques sont résumées dans les Annexes A et B.

Le MVR est particulièrement utile pour comparer des matériaux thermoplastiques comportant différents teneurs en matières de charge et ceux chargés avec ceux non chargés. Le MFR peut être déterminé par des mesurages MVR si la masse volumique à l'état fondu est connue à la température et à la pression d'essai.

Ces méthodes sont en principe également applicables aux thermoplastiques dont le comportement rhéologique pendant le mesurage est affecté de manière limitée par des phénomènes tels que l'hydrolyse, la condensation et la réticulation mais uniquement si la répétabilité et la reproductibilité sont comprises dans des limites acceptables pour ces méthodes. Elles ne s'appliquent pas aux matières dont le comportement rhéologique varie de façon significative pendant les essais. Dans ce cas, il est recommandé de procéder à la caractérisation en utilisant l'indice de viscosité en solution diluée conformément à la partie pertinente de l'ISO 1628.

**NOTE** Avec ces méthodes, les vitesses de cisaillement sont beaucoup plus faibles que celles que l'on rencontre dans les conditions normales de mise en œuvre, et par conséquent, les résultats obtenus pour différents thermoplastiques ne correspondent pas toujours à leur comportement lors de la mise en œuvre. Les deux méthodes sont utiles principalement pour le contrôle qualité.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1622-2, *Plastiques — Polystyrène (PS) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 1628 (toutes les parties), *Plastiques — Détermination de la viscosité des polymères en solution diluée à l'aide de viscosimètres à capillaires*

ISO 1872-2, *Plastiques — Polyéthylène (PE) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 1873-2, *Plastiques — Polypropylène (PP) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 2580-2, *Plastiques — Acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

## ISO 1133:2005(F)

ISO 2897-2, *Plastiques — Polystyrènes résistants au choc (PS-I) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 4287, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Termes, définitions et paramètres d'état de surface*

ISO 4613-2, *Plastiques — Éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 4894-2, *Plastiques — Styène/acrylonitrile (SAN) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 6402-2, *Plastiques — Matériaux pour moulage et extrusion à base d'acrylonitrile-styrène-acrylate (ASA), d'acrylonitrile-(éthylène-propylène-diène)-styrène(AEPDS) et d'acrylonitrile-(polyéthylène chloré)-styrène (ACS) — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 6507-1, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 1: Méthode d'essai*

ISO 7391-2, *Plastiques — Polycarbonate (PC) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 8257-2, *Plastiques — Poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 8986-2, *Plastiques — Polybutène (PB) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 9988-2, *Plastiques — Matériaux à base de polyoxyméthylène (POM) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 10366-2, *Plastiques — Méthacrylate de méthyle-acrylonitrile-butadiène-styrène (MABS) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 15494, *Systèmes de canalisations en matières plastiques pour les applications industrielles — Polybutène (PB), polyéthylène (PE) et polypropylène (PP) — Spécifications pour les composants et le système — Série métrique*

ISO 15876-3, *Systèmes de canalisations en plastique pour les installations d'eau chaude et froide — Polybutène (PB) — Partie 3: Raccords*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **indice de fluidité à chaud en masse**

##### **MFR**

vitesse d'extrusion d'une résine fondue dans une filière de longueur et de diamètre spécifiés dans des conditions prescrites de température, de charge et de position du piston dans le cylindre d'un plastomètre d'extrusion, exprimée en terme de masse extrudée par intervalle de temps spécifié

NOTE L'unité SI correcte est le décigramme par minute (dg/min). Le gramme pour 10 minutes (g/10 min) a toutefois été l'unité utilisée par le passé et reste donc acceptable.

**3.2****indice de fluidité à chaud en volume****MVR**

vitesse d'extrusion d'une résine fondue dans une filière de longueur et de diamètre spécifiés dans des conditions prescrites de température, de charge et de position du piston dans le cylindre d'un plastomètre d'extrusion, exprimée en terme de volume extrudé par intervalle de temps spécifié

NOTE L'unité SI correcte est le décimètre cube par minute ( $\text{dm}^3/\text{min}$ ). L'unité plus couramment utilisée et qui reste acceptable est le centimètre cube pour 10 minutes ( $\text{cm}^3/10 \text{ min}$ ).

**3.3****charge**

combinaison de la masse du piston et des poids ajoutés, spécifiée dans les conditions d'essai

NOTE Elle s'exprime en kilogrammes (kg).

**4 Principe**

L'indice de fluidité à chaud en masse (MFR) ou en volume (MVR) est déterminé par extrusion d'un matériau fondu dans le cylindre d'un plastomètre dans des conditions prédéfinies de température et de charge. Pour l'indice de fluidité à chaud en masse, des segments de matière extrudée sont pesés à intervalles de temps définis pour calculer et enregistrer la vitesse d'extrusion en g/10 min. Pour l'indice de fluidité à chaud en volume, la distance parcourue par le piston pendant un intervalle de temps spécifié ou le temps mis par le piston pour parcourir une certaine distance sont mesurés pour obtenir des données exprimées en  $\text{cm}^3/10 \text{ min}$ . Si la masse volumique de la matière est connue dans les conditions d'essai, l'indice de fluidité à chaud en volume peut être converti en indice de fluidité à chaud en masse et vice versa.

ITh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**5 Appareillage**

ISO 1133:2005

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005)

**5.1 Plastomètre d'extrusion**

[c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a41e52b7-9043-492f-a5c0-c9aa9baa7bf5/iso-1133-2005)

L'appareillage de base se compose principalement d'un plastomètre d'extrusion opérant à température fixe. Sa forme générale est représentée à la Figure 1. Le matériau thermoplastique, contenu dans un cylindre vertical, est extrudé à travers une filière au moyen d'un piston chargé d'une masse connue. L'appareillage comporte les parties principales suivantes.

**5.1.1 Cylindre**, fixé verticalement (voir 5.1.5). Le cylindre doit être constitué d'un matériau résistant à l'usure et à la corrosion jusqu'à la température maximale du système de chauffage. Le fini, les propriétés ou les dimensions de surface ne doivent pas être affectés par la matière soumise à essai. Pour certaines matières, il peut être nécessaire d'effectuer les mesurages à des températures allant jusqu'à 450 °C. Le cylindre doit être usiné sur une longueur comprise entre 115 mm et 180 mm et un diamètre intérieur de  $9,550 \text{ mm} \pm 0,025 \text{ mm}$ . La base du cylindre doit être thermiquement isolée de façon que l'aire de la surface métallique exposée soit inférieure à  $4 \text{ cm}^2$  et il est recommandé d'utiliser un produit isolant tel que des fibres de céramique, de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou tout autre matériau convenable pour éviter l'adhérence des produits extrudés.

La paroi de la cavité doit être durcie jusqu'à une dureté Vickers d'au moins 500 (HV 5 à HV 100) (voir l'ISO 6507-1) et doit être usinée par une technique donnant une rugosité de surface inférieure à  $Ra = 0,25 \mu\text{m}$  (écart moyen arithmétique) (voir l'ISO 4287). Si nécessaire un guide-piston doit être prévu pour réduire le plus possible le frottement dû au non-alignement.

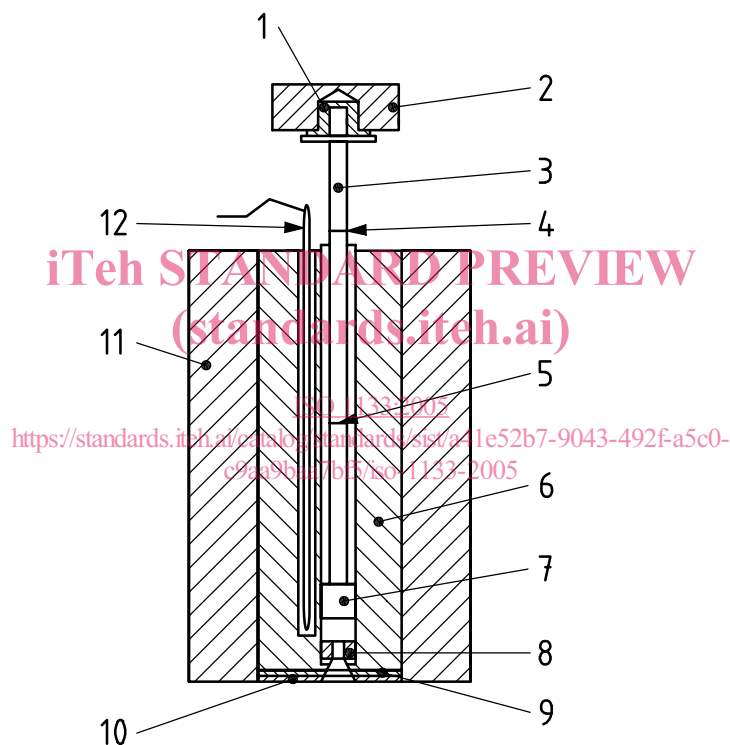
NOTE L'usure excessive du cylindre, de la tête du piston et du piston est un signe de mauvais alignement de ce dernier. Un contrôle régulier de l'usure et de la variation d'aspect du cylindre, de la tête du piston et du piston est requis pour garantir que ces points sont conformes aux spécifications.

**5.1.2 Piston**, ayant une longueur de travail au moins aussi longue que le cylindre. Le piston doit être fabriqué avec un matériau résistant à l'usure et à la corrosion jusqu'à la température maximale du système de chauffage et ses propriétés et dimensions ne doivent pas être affectées par la matière soumise à essai. Le

piston doit avoir une tête de  $6,35 \text{ mm} \pm 0,10 \text{ mm}$  de longueur. Le diamètre de la tête doit être inférieur de  $0,075 \text{ mm} \pm 0,010 \text{ mm}$  au diamètre intérieur du cylindre. L'arête supérieure ne doit pas être tranchante. Au-dessus de la tête, le diamètre du piston doit être réduit à environ 9 mm au plus. Un dispositif peut être ajouté au sommet du piston pour supporter une masse amovible, mais le piston doit être isolé thermiquement de la masse. Sur la tige du piston, deux minces anneaux de repérage doivent être gravés à 30 mm l'un de l'autre et placés de sorte que le repère supérieur soit aligné sur le dessus du cylindre lorsque la distance entre l'arête inférieure de la tête du piston et le dessus de la filière est de 20 mm. Ces marques annulaires sur le piston sont utilisées comme repères de référence pendant la détermination (voir 8.4 et 9.5).

Pour assurer un bon fonctionnement de l'appareillage, le cylindre et le piston doivent être faits de matériaux de dureté différente. Il est pratique pour faciliter la maintenance et le remplacement que le cylindre soit fait du matériau le plus dur.

Le piston peut être évidé ou plein. Pour les essais avec des charges très faibles, le piston peut être évidé, d'autre part il n'est pas possible d'obtenir la plus petite charge prescrite. Lorsque l'essai est réalisé avec des charges plus fortes, un piston plein ou un piston évidé avec des guides adéquats doit être utilisé.



**Légende**

- |                     |                               |
|---------------------|-------------------------------|
| 1 isolant thermique | 7 tête de piston              |
| 2 charge amovible   | 8 filière                     |
| 3 piston            | 9 plaque soutenant la filière |
| 4 repère supérieur  | 10 plaque isolante            |
| 5 repère inférieur  | 11 isolant thermique          |
| 6 cylindre          | 12 capteur de température     |

**Figure 1 — Appareillage type pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud montrant l'une des méthodes possible**

**5.1.3 Système de régulation de la température**, pour toutes les températures réglables du cylindre, la régulation de température doit être telle que les différences de température entre la filière, 10 mm au-dessus de sa partie supérieure et 75 mm au-dessus de la filière, ne dépassent pas les valeurs données dans le Tableau 1 pendant toute la durée de l'essai.



NOTE La température peut être mesurée au moyen de thermocouples, de sondes à résistance en platine ou de thermomètres à mercure en verre intégrés dans la paroi. Si l'appareillage n'est pas équipé de cette manière, la température peut ne pas être exactement la même que dans le matériau fondu mais peut être étalonnée (7.1) pour donner la température du matériau fondu.

Le système de régulation de la température doit être conçu de façon à pouvoir régler la température d'essai par paliers de 0,2 °C ou moins.

**Tableau 1 — Variation maximale de température admissible dans l'espace et dans le temps pendant l'essai**

Température d'essai, $T$ °C	Variation maximale de température <sup>a</sup>	
	dans l'espace, entre 10 mm et 75 mm au-dessus de la face supérieure de la filière °C	dans le temps, à 10 mm au-dessus de la face supérieure de la filière <sup>b</sup> °C
$125 \leq T < 250$	± 2,0	± 0,5 <sup>c</sup>
$250 \leq T < 300$	± 2,5	± 0,5
$300 \leq T$	± 3,0	± 1,0

<sup>a</sup> La variation s'observe sur la durée normale d'un essai, typiquement moins de 25 min, et peut être vérifiée pendant l'étalonnage de l'appareillage.

<sup>b</sup> Pour la filière de 4 m de longueur (voir 5.1.4), il convient de faire les relevés à 14 mm au-dessus de la surface de la filière.

<sup>c</sup> Pour améliorer la reproductibilité de l'essai, la valeur préconisée est de 0,2 °C. Il est prévu que cette valeur de 0,2 °C devienne une exigence dans la prochaine révision de la présente Norme internationale.

**5.1.4 Filières**, en carbure de tungstène ou en acier trempé, de 8,000 mm ± 0,025 mm de longueur. L'intérieur doit être usiné en diamètre de manière circulaire, rectiligne et uniforme afin qu'en tout point, sa dimension ne diffère pas de ± 0,005 mm par rapport à celle d'un cylindre idéal ayant 2,095 mm de diamètre. L'intérieur de la cavité doit être vérifié régulièrement avec un calibre «passant/non passant». La filière doit être jetée si elle ne respecte pas la tolérance. La filière doit avoir des extrémités planes, perpendiculaires à l'axe de la cavité et exemptes de marques d'usinage visibles.

En cas d'essai de matières ayant un indice de fluidité à chaud en masse > 75 g/10 min ou un indice de fluidité à chaud en volume > 75 cm<sup>3</sup>/10 min, il est préférable d'utiliser une filière ayant une hauteur et un diamètre réduits de moitié: 4 000 mm ± 0,025 mm de longueur et 1,050 mm ± 0,005 mm de diamètre nominal de la cavité. Aucune entretoise ne doit être utilisée avec ce type de filière pour porter la longueur apparente à 8,00 mm.

Pour soumettre à essai des matériaux potentiellement corrosifs, il est possible d'utiliser des filières en alliage cobalt-chrome-tungstène, en alliage de chrome, en saphir synthétique ou en tout autre matériau adapté.

La paroi de la cavité doit être durcie jusqu'à une dureté Vickers d'au moins 500 (HV 5 à HV 100) (voir l'ISO 6507-1) et doit être usinée avec une technique donnant une rugosité de surface inférieure à  $R_a = 0,25 \mu\text{m}$  (écart moyen arithmétique) (voir l'ISO 4287). La filière ne doit pas faire saillie au-delà de la base du cylindre (voir la Figure 1) et doit être placée de manière que son orifice et l'axe du cylindre soient coaxiaux.

Les surfaces planes de la filière doivent être vérifiées pour s'assurer que la zone autour du trou n'est pas éclatée. Tout éclat causant des erreurs doit entraîner le rejet de la filière.

**5.1.5 Moyens de fixer et maintenir le cylindre en position parfaitement verticale**, un niveau à bulles à deux directions placé perpendiculairement à l'axe du cylindre et des supports d'appareillage réglables conviennent à cet effet.

NOTE Ce dispositif évite qu'un frottement excessif ne se produise au niveau du piston ou que celui-ci ne se courbe sous l'action de fortes charges. Un piston d'équilibrage comportant à son niveau supérieur un niveau à bulle permet aussi de vérifier la conformité à cette exigence.

**5.1.6 Charge amovible**, sur le sommet du piston, constituée d'un jeu de poids qui peuvent être ajoutés de façon que la masse combinée du piston et de la charge corresponde à la valeur choisie avec une exactitude de  $\pm 0,5$  %.

On peut également utiliser un dispositif mécanique combiné par exemple à une cellule de charge et donnant le même niveau d'exactitude que les masses amovibles.

## 5.2 Équipement accessoire

### 5.2.1 Généralités

**5.2.1.1 Tige de chargement**, faite d'un matériau non abrasif pour introduire les échantillons dans le cylindre.

**5.2.1.2 Équipement de nettoyage** (voir 7.2).

**5.2.1.3 Calibre passant/non passant**, constitué à une extrémité d'une broche de diamètre égal au trou de la filière moins la tolérance admise (calibre passant) et à l'autre extrémité d'une broche de diamètre égal au trou de la filière plus la tolérance admise (calibre non passant). Le calibre doit avoir une longueur suffisante pour contrôler toute la longueur de la filière (calibre passant).

**5.2.1.4 Dispositif d'étalonnage de la température**, (thermomètre à mercure en verre, thermocouple, capteur de température à résistance en platine ou autre dispositif de mesurage de la température). Le capteur de température doit avoir une résolution maximale de  $0,1$  °C ou mieux. Étalonner le dispositif de contrôle de la température, par exemple sur un thermocouple de type sonde de petit calibre, thermocouple ou capteur de température à résistance en platine ayant une faible longueur de captage. Il convient d'enfermer le thermocouple dans une gaine métallique ayant un diamètre d'environ  $1,6$  mm avec son point de soudure chaude mis à la terre à l'extrémité de la gaine.

**5.2.1.5 Tampon**, ayant une extrémité de forme permettant de boucher la sortie de la filière et d'empêcher la fuite de matériau fondu tout en permettant de l'enlever rapidement avant le démarrage de l'essai, par exemple tampon fixé à un ressort comprimé.

**5.2.1.6 Support de piston/de masses**, de longueur suffisante pour maintenir le repère inférieur à  $25$  mm au-dessus de la partie supérieure du cylindre.

### 5.2.2 Équipement pour le mode opératoire A (voir Article 8)

**5.2.2.1 Outil**, pour couper l'échantillon extrudé. Une spatule à bord aiguisé a été jugée convenable.

**5.2.2.2 Chronomètre**, exacte à  $\pm 0,1$  s pour les indices de fluidité à chaud  $\leq 100$  et à  $\pm 0,01$  s pour les indices de fluidité à chaud  $> 100$  g/10 min. À comparer avec un dispositif de chronométrage étalonné sur une période de  $15$  min à  $20$  min et s'assurer que la tolérance de  $\pm 0,07$  % du temps total mesuré est respectée.

NOTE Le mode opératoire A n'est pas recommandé pour le mesurage des indices de fluidité à chaud  $> 100$  g/10 min sauf si la filière est utilisée à la moitié de la longueur et du diamètre.

**5.2.2.3 Balance**, exacte à  $\pm 0,5$  mg.

### 5.2.3 Équipement pour le mode opératoire B (voir Article 9)

**5.2.3.1 Équipement de mesurage**, pour le mesurage automatique de la distance et du temps de mouvement du piston en une seule ou en plusieurs opérations sous une charge unique (voir Tableau 2).

**Tableau 2 — Exigences d'exactitude du mesurage de la distance et du temps de mouvement du piston**

MFR(g/10 min) ou MVR (cm <sup>3</sup> /10 min) <sup>a</sup>	Distance (mm)	Temps (s)
0,1 à 1,0	± 0,02	± 0,1
> 1,0 à 100	± 0,1	± 0,1
> 100	± 0,1	± 0,01

<sup>a</sup> Pour les mesurages multiples sous charge unique, quel que soit le MFR ou le MVR de la matière, les exigences sont les mêmes que pour MFR ou MVR > 100.

## 6 Échantillon d'essai

### 6.1 Forme de l'échantillon

L'échantillon peut être de n'importe quelle forme pouvant être introduite dans la cavité du cylindre, par exemple granules, morceaux de film, poudre ou sections de parties moulées ou extrudées. Il peut remplir la cavité du cylindre jusqu'à une hauteur de 75 mm avant le démarrage de l'essai.

NOTE 1 Pour garantir un extrudat exempt de vides quand l'essai porte sur des poudres, il peut être nécessaire de commencer par comprimer la matière sous forme d'une préforme ou de pastilles.

NOTE 2 La forme de l'échantillon d'essai peut être un facteur important de reproductibilité. Il convient de la contrôler pour améliorer la comparabilité des résultats interlaboratoires et pour réduire la variabilité entre cycles.

### 6.2 Conditionnement

L'échantillon d'essai doit être conditionné et, si nécessaire, stabilisé avant essai, conformément aux spécifications de la norme relative au matériau.

## 7 Étalonnage de la température, nettoyage et entretien de l'appareillage

### 7.1 Étalonnage du système de régulation de la température

#### 7.1.1 Procédure d'étalonnage

Il est nécessaire de vérifier régulièrement l'exactitude du système de régulation de la température (5.1.3).

Pour ce faire ajuster le système de régulation à la température requise (qui est indiquée par le dispositif de lecture de la température de régulation). Charger le cylindre avec une certaine quantité de matière à soumettre à essai ou de matière représentative de celle-ci (voir 7.1.2), en appliquant la même méthode que pour l'essai (voir 8.3). Cinq minutes après avoir introduit la matière, introduire le dispositif de lecture de la température étalonné (5.2.1.4) dans la chambre d'échantillonnage et immerger celui-ci dans la matière jusqu'à ce que le capteur soit distant de 10 mm de la face supérieure de la filière. Après un intervalle supplémentaire d'au moins 4 min et inférieur à 10 min, corriger la température indiquée par le dispositif de lecture de la température de régulation par addition algébrique de la différence entre les températures lues sur les deux thermomètres. Il est nécessaire de vérifier également le profil des températures le long du cylindre. Pour ce faire, mesurer la température de la matière à 30 mm, 50 mm et 75 mm au-dessus de la face supérieure de la filière. Vérifier la variation de la température dans le temps ainsi que dans l'espace conformément au Tableau 1. Si l'on utilise un dispositif de lecture de la température, préchauffer le thermomètre à la température à mesurer.

NOTE Il est recommandé de commencer par le point le plus élevé au-dessus de la filière pour vérifier le profil des températures le long du cylindre.