

---

Norme internationale



1133

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques

*Plastics — Determination of the melt flow rate of thermoplastics*

Première édition — 1981-11-01

---

CDU 678.073 : 536.421.2

Réf. n° : ISO 1133-1981 (F)

**Descripteurs** : matière plastique, résine thermoplastique, essai, essai à haute température, détermination, indice de viscosité.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 1133 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	<del>Pologne</del>
Allemagne, R. F.	Espagne	Roumanie
Australie	Finlande	Royaume-Uni
Autriche	France	Suède
Belgique	Hongrie	Suisse
Brésil	Inde	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	URSS
Chine	Japon	USA
Corée, Rép. de	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace les Recommandations ISO/R 292-1967 et ISO/R 1133-1969, dont elle constitue une révision technique.

# Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques

## 1 Objet et domaine d'application

**1.1** La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, dans des conditions définies de température et de pression. Lorsque les conditions d'essai sont indiquées dans la spécification propre à une matière, cette méthode peut être utilisée pour caractériser la vitesse d'écoulement à l'état fondu de cette matière.

NOTE — Les conditions d'essai couramment adoptées sont indiquées dans l'annexe.

**1.2** L'indice de fluidité à chaud des hauts polymères dépend de la vitesse de cisaillement. Dans cet essai, les vitesses de cisaillement sont beaucoup plus faibles que celles que l'on rencontre dans les conditions normales de fabrication, et, par conséquent, les résultats obtenus pour différents thermoplastiques ne correspondent pas toujours à leur comportement dans les conditions réelles.

La méthode est utile pour un contrôle de qualité.

**1.3** Lorsque la méthode est appliquée à certaines matières, il faudra prêter attention aux facteurs pouvant amener une détérioration de la reproductibilité, facteurs tels que :

a) la dégradation thermique ou la réticulation de la matière qui entraîne une modification de la vitesse d'écoulement à l'état fondu pendant le préchauffage ou au cours de l'essai; les matières pulvérulentes demandant de longues durées de préchauffage sont sensibles à cet effet. Dans certains cas, l'addition de stabilisants est nécessaire pour réduire la dispersion des résultats;

b) l'application du mesurage à des matières chargées ou renforcées, dans le cas desquelles la répartition ou l'orientation de la matière de charge peut perturber la vitesse d'écoulement à chaud.

## 2 Références

ISO/R 81, *Essai de dureté Vickers pour l'acier (Charges de 5 à 100 kgf)*.

ISO 468, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et règles générales pour l'établissement des spécifications*.<sup>1)</sup>

ISO 1622/1, *Plastiques — Polystyrène pour moulage et extrusion — Partie 1 : Désignation*.<sup>2)</sup>

ISO 1872/1, *Plastiques — Thermoplastiques à base de polyéthylène et de copolymères d'éthylène — Partie 1 : Désignation*.<sup>3)</sup>

ISO 1873/1, *Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène et de copolymères de propylène — Partie 1 : Désignation*.

ISO 2580/1, *Plastiques — Plastiques à base d'acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS) pour moulage et extrusion — Partie 1 : Désignation*.

ISO 2897/1, *Plastiques — Polystyrènes résistants au choc — Partie 1 : Désignation*.<sup>4)</sup>

ISO 4613/1, *Plastiques — Thermoplastiques à base de copolymères d'éthylène et d'acétate de vinyle (E/VAC) — Partie 1 : Désignation*.<sup>5)</sup>

ISO 4894/1, *Plastiques — Matières à mouler et à extruder à base de copolymère de styrène et d'acrylonitrile (SAN) — Partie 1 : Désignation*.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 468-1966.)

2) Actuellement ISO 1622-1975, *Matières plastiques — Polystyrènes pour moulage et extrusion — Désignation*.

3) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 1872-1972.)

4) Actuellement ISO 2897-1976, *Matières plastiques — Désignation des polystyrènes résistants au choc*.

5) Actuellement au stade de projet.

### 3 Appareillage

#### 3.1 Appareillage de base

L'appareillage se compose principalement d'un plastomètre d'extrusion opérant à une température fixée (rhéomètre capillaire). Sa forme générale est celle qui est représentée à la figure. Le thermoplastique, contenu dans un cylindre vertical en métal, est extrudé à travers une filière au moyen d'un piston chargé. L'appareillage comporte les parties principales suivantes.

**3.1.1 Cylindre en acier**, fixé verticalement et convenablement isolé thermiquement afin de pouvoir opérer à 300 °C. La longueur du cylindre doit être comprise entre 115 et 180 mm, et le diamètre intérieur entre 9,500 et 10,000 mm. Le trou du cylindre doit être uniforme à  $\pm 0,025$  mm. La base du cylindre doit être isolée thermiquement de façon que la surface métallique exposée soit inférieure à 4 cm<sup>2</sup>, et il est recommandé d'utiliser un produit isolant tel que, par exemple, le polytétrafluoréthylène (épaisseur 3 mm environ) pour éviter l'adhérence des produits extrudés.

La paroi du trou doit être convenablement durcie et avoir une dureté Vickers d'au moins 500 HV (voir ISO/R 81) et un poli superficiel meilleur que  $R_a$  0,25  $\mu$ m (écart moyen arithmétique, voir ISO 468). Lorsque des charges supérieures à 12,500 kg sont utilisées, un guide additionnel pour le piston doit être prévu.

**3.1.2 Piston en acier** (voir notes 1 et 2), dont la partie travaillante doit être au moins aussi longue que le cylindre. Le piston

doit avoir une tête  $6,35 \pm 0,10$  mm de longueur. Le diamètre de la tête doit être inférieur de  $0,075 \pm 0,015$  mm au diamètre intérieur du cylindre. En outre, le diamètre de la tête doit être connu avec une précision de  $\pm 0,025$  mm pour permettre les calculs prévus en 3.1.6. L'arête inférieure de la tête doit être arrondie selon un rayon de 0,4 mm. L'arête supérieure doit être abattue. Au-dessus de la tête, le diamètre du piston doit être réduit à 9 mm environ. Un dispositif peut être ajouté au sommet du piston pour supporter la masse amovible, mais le piston doit être isolé thermiquement de cette 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 avec 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 (voir note 3).

#### NOTES

1 Pour assurer un bon fonctionnement de l'appareil, le cylindre et le piston devraient être en aciers de duretés différentes. Il convient, en particulier, de fabriquer le cylindre avec l'acier le plus dur pour en maintenir facilement les caractéristiques.

2 Le piston peut être évidé ou plein. Pour les essais avec charges faibles, le piston doit être évidé; sinon, il n'est pas possible d'obtenir la plus petite charge spécifiée. Lorsque l'essai est réalisé avec des charges plus fortes, un piston évidé n'est pas souhaitable, car la charge la plus élevée entraînerait la déformation d'un tel piston. Dans de tels essais, un piston plein ou un piston évidé avec des guides adéquats devraient être utilisés. Lorsqu'on utilise cette dernière modification, il est indispensable que la dispersion de la chaleur le long du piston, qui est en général plus importante qu'à l'ordinaire, n'affecte pas la température d'essai de la matière.

3 Les repères annulaires limitent la longueur du cylindre dans laquelle tous les prélèvements doivent être effectués.

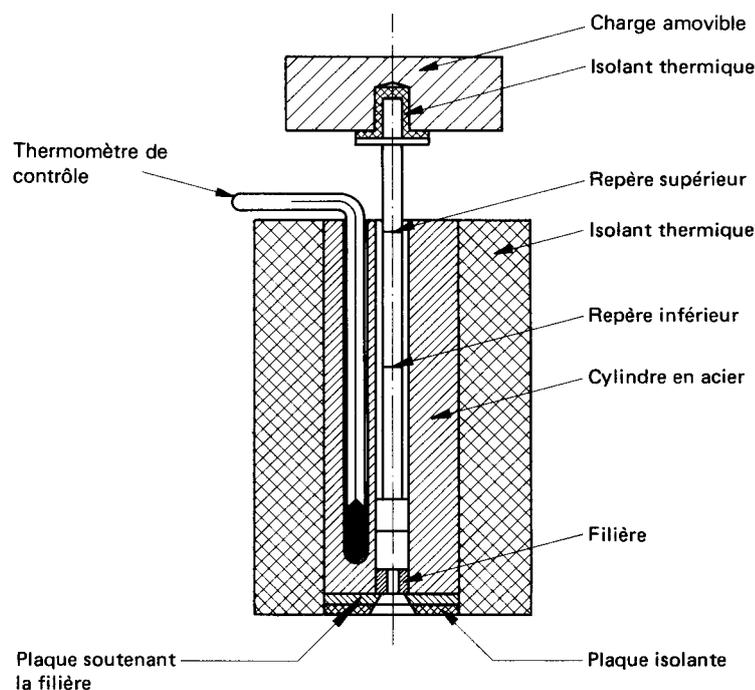


Figure — Appareil pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud (montrant l'une des méthodes possibles de soutien de la filière et un modèle de piston)

**3.1.3 Éléments chauffants et thermostats**, permettant de maintenir à  $\pm 0,5$  K la température choisie pour la matière dans le cylindre. L'emploi d'un système de contrôle automatique de la température est vivement recommandé.

**3.1.4 Thermomètre à mercure en verre** (thermomètre de contrôle) ou tout autre système de mesurage de température, placé aussi près que possible de la cavité du cylindre et à une distance de 15 mm de la base. Cet appareil de mesurage doit être gradué pour permettre de mesurer la température à  $\pm 0,1$  K. Un milieu conducteur de chaleur, tel qu'un alliage à bas point de fusion ou une huile de silicone convenable, peut être utilisé entre le thermomètre et le cylindre.

**3.1.5 Filières**, en carbure de tungstène ou acier trempé, de  $8,000 \pm 0,025$  mm de longueur. Le diamètre intérieur doit être choisi en fonction de la spécification appropriée pour chaque matière (voir l'annexe), mais il doit être circulaire, rectiligne et de diamètre uniforme de manière qu'en tout point sa dimension ne diffère pas de  $\pm 0,005$  mm par rapport à celle d'un cylindre idéal ayant le diamètre nominal indiqué.

La paroi du trou doit être convenablement durcie et avoir une dureté Vickers d'au moins 500 HV (voir ISO/R 81) et un poli superficiel meilleur que  $R_a 0,25$   $\mu\text{m}$  (écart moyen arithmétique, voir ISO 468). La filière ne doit pas faire saillie au-delà de la base du cylindre (voir la figure) et doit être placée de manière que son orifice et celui du piston soient coaxiaux.

**3.1.6 Charge amovible**, sur le sommet du piston, constituée d'un jeu de poids qui peuvent être ajustés de façon que la masse combinée,  $M$ , de la charge et du piston, en grammes, corresponde, avec une tolérance de  $\pm 0,5$  %, à celle qui est donnée par l'équation

$$M = K \frac{D^2}{d^4}$$

où

$K$  est un facteur de la filière. La valeur de  $K$  dépend des dimensions de la filière et correspond à une série de taux de cisaillement (voir l'annexe);

$D$  est le diamètre mesuré de la tête du piston, en millimètres, à  $\pm 0,025$  mm;

$d$  est le diamètre mesuré de la filière, en millimètres, à  $\pm 0,005$  mm.

**3.1.7 Dispositif** pour 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'appareil réglables sont adaptés à cet effet.

NOTE — Cela évite qu'une friction excessive ne se produise au niveau du piston ou que celui-ci ne se courbe sous l'action de fortes charges.

## 3.2 Équipement accessoire

**3.2.1 Outillage** pour introduire les échantillons dans le cylindre : tige de chargement faite d'un matériau non abrasif.

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

**3.2.3 Outillage nécessaire pour le nettoyage.**

**3.2.4 Chronomètre**, précis à  $\pm 0,1$  s.

**3.2.5 Balance**, précise à  $\pm 0,0005$  g.

**3.2.6 Thermomètre à mesure en verre** (thermomètre d'étalonnage) ou tout autre système de mesurage de température. Cet appareil de mesurage doit être gradué pour permettre de mesurer la température à  $\pm 0,1$  K dans les conditions de température et d'immersion à utiliser lors de l'étalonnage du thermomètre de contrôle (3.1.4) conformément à 5.1.

**3.2.7** Éventuellement, on peut utiliser un **dispositif mécanique** pour les poids les plus élevés.

## 4 Éprouvette

**4.1** L'éprouvette peut être de n'importe quelle forme pouvant être introduite dans la cavité du cylindre, par exemple poudre, granulés, morceaux de feuilles.

NOTE — Certaines matières sous forme de poudre ne donnent pas de filament exempt de bulles si elles n'ont pas été comprimées au préalable.

**4.2** L'éprouvette doit être conditionnée et, si nécessaire, stabilisée avant l'essai, selon la spécification de la matière.

## 5 Étalonnage de la température, nettoyage et entretien de l'appareil

**5.1** Vérifier la précision du thermomètre de contrôle au moins une fois par jour d'utilisation de l'appareil ou chaque fois que la température d'essai est modifiée, selon ce qui est le plus fréquent. Dans ce but, ajuster les systèmes de chauffage et de contrôle du cylindre jusqu'à ce que ce dernier reste à la température requise, ce qui est indiqué par le thermomètre de contrôle. Préchauffer un thermomètre d'étalonnage à la même température. Placer ensuite un échantillon de la matière à soumettre à l'essai dans le cylindre, ou une matière représentative de celle-ci (voir la note), en utilisant la même technique que pour un essai (voir 6.2). Quatre minutes après avoir introduit entièrement la matière, le thermomètre d'étalonnage doit alors être introduit dans le trou du cylindre et immergé dans la matière jusqu'à ce que le bas du réservoir soit distant de 10 mm de la face supérieure de la filière. Après un intervalle supplémentaire d'au moins 4 min, la température indiquée par le thermomètre de contrôle doit alors être corrigée par addition algébrique de la différence entre les températures lues sur les deux thermomètres.

NOTE — Il est essentiel que la matière utilisée pendant l'étalonnage soit suffisamment fluide pour permettre, par exemple, d'y introduire un réservoir de thermomètre rempli de mercure sans effort excessif et sans risque de bris. Une matière ayant un IF supérieur à 45 (diamètre de la filière : 2,095 mm; 21,2 N; 600 s) à la température d'étalonnage a été jugée convenable.

Si une telle matière est utilisée aux fins d'étalonnage au lieu d'une matière plus visqueuse devant être soumise à l'essai, la matière factice devrait avoir une diffusivité thermique semblable à celle de la matière à soumettre à l'essai, de façon que son comportement à l'échauffement soit analogue. Il est nécessaire que la quantité introduite pour l'étalonnage soit telle que, lorsque le thermomètre d'étalonnage est ultérieurement introduit, une partie appropriée du thermomètre soit immergée pour un mesurage précis de la température. Cela peut être contrôlé par l'observation du niveau de matière recouvrant l'extrémité du thermomètre d'étalonnage après retrait éventuel de ce thermomètre du cylindre.

**5.2** L'appareil doit être nettoyé après chaque détermination. Le cylindre peut être nettoyé avec des chiffons. Le piston doit être nettoyé lorsqu'il est encore chaud avec un chiffon et un solvant convenable. La filière peut être nettoyée au moyen d'une tige en cuivre ou d'une cheville en bois étroitement ajustée, puis immergée dans le solvant porté à l'ébullition. Un nettoyage par pyrolyse dans une atmosphère d'azote à environ 550 °C peut également être utilisé. Il ne faut pas utiliser de produits abrasifs ou susceptibles d'endommager la surface du piston, du cylindre ou de la filière. Des précautions particulières doivent être prises pour éviter l'exposition à des fumées toxiques si l'on utilise des solvants à températures élevées.

**5.3** Il est recommandé qu'à intervalles relativement fréquents, par exemple une fois par semaine pour les appareils en utilisation constante, la plaque isolante et la plaque de fixation de la filière, s'il y en a une telle qu'elle est représentée à la figure, soient enlevées afin de nettoyer complètement le cylindre.

## 6 Mode opératoire

**6.1** Nettoyer l'appareil (voir chapitre 5). Avant de commencer une série d'essais, s'assurer que le cylindre et le piston sont à la température choisie, depuis au moins 15 min.

**6.2** Placer ensuite 4 à 8 g de l'échantillon dans le cylindre selon l'indice de fluidité présumé (voir tableau 1 pour exemple). Pendant ce chargement, comprimer la matière en exerçant une pression manuelle au moyen de la tige de chargement. Pour assurer un chargement aussi exempt d'air que possible, dans le cas des matières subissant une dégradation par oxydation, effectuer le chargement en 1 min au maximum. Placer le piston, chargé ou non, selon l'indice de fluidité à chaud de la matière, dans le cylindre.

NOTE — Si l'indice de fluidité à chaud de la matière est élevé, c'est-à-dire supérieur à 10 g/600 s, la perte d'échantillon lors du préchauffage sera importante. Dans ce cas, un piston non chargé ou faiblement chargé peut être utilisé au cours de la période de préchauffage; cette charge est amenée à la valeur voulue à la fin d'un temps de préchauffage égal à 4 min.

Tableau 1

Indice de fluidité à chaud	Masse de l'échantillon dans le cylindre*	Intervalle de temps
g/600 s	g	s
0,1 à 0,5	4 à 5	240**
> 0,5 à 1	4 à 5	120
> 1 à 3,5	4 à 5	60
> 3,5 à 10	6 à 8	30
> 10	6 à 8	5 à 15***

\* Lorsque la masse volumique de la matière est supérieure à 1,0 g/cm<sup>3</sup>, on peut augmenter en conséquence la masse de l'échantillon.

\*\* Il n'est pas recommandé de mesurer des indices de fluidité à chaud si les valeurs obtenues sont inférieures à 0,1 g/600 s.

\*\*\* Pour obtenir une reproductibilité suffisante lorsqu'on applique cette méthode d'essai à des matières dont l'IF est supérieur à 25 g/600 s, il peut être nécessaire soit d'effectuer les coupes au moyen d'un dispositif automatique permettant de mesurer les intervalles de temps avec une précision meilleure que 0,1 s, soit de calculer l'indice de fluidité connaissant la vitesse de déplacement du piston et la masse volumique de la matière à la température de l'essai.

**6.3** Quatre minutes après avoir introduit entièrement l'échantillon, temps au bout duquel la température doit être revenue à la valeur choisie, placer la charge choisie sur le piston, s'il n'était pas chargé ou s'il l'était insuffisamment. En fonction de la viscosité réelle de la matière, laisser descendre le piston sous l'action de la pesanteur ou le pousser plus rapidement par pression manuelle, jusqu'à ce que le repère inférieur soit de 5 à 10 mm au-dessus du bord supérieur du cylindre. La durée de cette opération ne doit pas dépasser 1 min. Sectionner la matière extrudée et l'écarter. Laisser alors le piston chargé descendre sous l'action de la pesanteur. Lorsque le repère inférieur atteint le bord supérieur du cylindre, déclencher le chronomètre et couper la matière extrudée avec l'outil tranchant en écartant de nouveau la partie coupée.

Recueillir ensuite, afin de mesurer la vitesse d'extrusion, les extrudats successivement coupés à des intervalles de temps qui dépendent de l'indice de fluidité à chaud, de sorte que la longueur d'un extrudat ne soit pas inférieure à 10 mm et soit de préférence comprise entre 10 et 20 mm (le tableau 1 sert de guide pour les intervalles de temps).

Arrêter le découpage lorsque le repère supérieur de la tige du piston atteint le bord supérieur du cylindre. Écarter les extrudats présentant des bulles d'air visibles. Après refroidissement, peser individuellement, à 0,001 g près, les extrudats restants, au nombre de trois au minimum, et calculer leur masse moyenne. Si la différence entre les valeurs maximale et minimale des pesées individuelles est supérieure de 15 % à la moyenne, rejeter le résultat et recommencer l'essai sur une fraction de l'échantillon non encore utilisée.

## 7 Expression des résultats

L'indice de fluidité à chaud (IF), exprimé en grammes durant le temps de référence, est donné par l'équation

$$IF(T, M) = \frac{S \times m}{t}$$

où

$T$  est la température d'essai, en degrés Celsius;

$M$  est la charge nominale, en kilogrammes (la charge réelle est calculée selon 3.1.6);

$S$  est le temps de référence, en secondes; c'est le temps choisi (voir l'annexe) auquel sont rapportés les intervalles de temps entre les deux coupes d'un extrudat;

$m$  est la masse moyenne des extrudats obtenus, en grammes;

$t$  est l'intervalle de temps entre les deux coupes d'un extrudat, en secondes.

#### NOTES

1 L'indication du diamètre de la filière utilisée doit être notée lorsqu'il est différent de 2,090 à 2,100 mm.

2 L'indication du temps de référence choisi doit être notée lorsqu'il est différent de 600 s.

Exprimer le résultat avec deux chiffres significatifs.

## 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon pour essai, y compris la forme physique de la matière chargée dans le cylindre;
- c) détails du conditionnement;
- d) détails de la stabilisation (voir 4.2);
- e) diamètre de la filière, température et charge avec lesquelles l'essai a été exécuté;
- f) indice de fluidité à chaud, en grammes durant le temps de référence;
- g) compte rendu de tout comportement individuel de l'éprouvette, tel que : altération de la couleur, collage, déformation de l'extrudat ou variation inattendue de l'indice de fluidité à chaud.