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

**Partie 1:
Méthode normale**

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

Part 1: Standard method

ISO 1133-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dcf130-b606-4799-9315-a824a7f841ce/iso-1133-1-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1133-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dcf130-b606-4799-9315-a824a7f841ce/iso-1133-1-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	3
5 Appareillage	3
5.1 Plastomètre d'extrusion	3
5.2 Équipement accessoire	7
5.2.1 Généralités	7
5.2.2 Équipement pour le mode opératoire A (voir l'Article 8)	8
5.2.3 Équipement pour le mode opératoire B (voir l'Article 9): Capteur de déplacement du piston/minuteur	8
6 Échantillon d'essai	9
6.1 Forme de l'échantillon	9
6.2 Conditionnement	9
7 Vérification de la température, nettoyage et entretien de l'appareillage	9
7.1 Vérification du système de régulation de la température	9
7.1.1 Mode opératoire de vérification	9
7.1.2 Matériau utilisé au cours de la vérification de température	10
7.2 Nettoyage de l'appareillage	10
7.3 Alignement vertical de l'instrument	11
8 Mode opératoire A: méthode de mesurage de la masse	11
8.1 Choix de la température et de la charge	11
8.2 Nettoyage	11
8.3 Choix de la masse de l'échantillon et chargement du cylindre	11
8.4 Mesurages	12
8.5 Expression des résultats	13
8.5.1 Généralités	13
8.5.2 Expression des résultats: filière normale	13
8.5.3 Expression des résultats: filière à taille réduite de moitié	14
9 Mode opératoire B: méthode de mesurage du volume déplacé	14
9.1 Choix de la température et de la charge	14
9.2 Nettoyage	14
9.3 Distance de déplacement minimale du piston	14
9.4 Choix de la masse de l'échantillon et chargement du cylindre	15
9.5 Mesurages	15
9.6 Expression des résultats	16
9.6.1 Généralités	16
9.6.2 Expression des résultats: filière normale	16
9.6.3 Expression des résultats: filière à taille réduite de moitié	17
10 Rapport des vitesses d'écoulement	17
11 Fidélité	18
12 Rapport d'essai	18
Annexe A (normative) Conditions d'essai pour les déterminations de MFR et MVR	20
Annexe B (informative) Conditions spécifiées dans les Normes internationales pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud des matériaux thermoplastiques	22

Annexe C (informative) Dispositif et mode opératoire pour préformer une charge compactée de matériau par compression.....	23
Annexe D (informative) Données de fidélité pour le polypropylène obtenues à partir de la comparaison mutuelle des essais MFR et MVR.....	26
Bibliographie.....	27

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1133-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dcf130-b606-4799-9315-a824a7f841ce/iso-1133-1-2022>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1133-1:2011), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- les références à des normes ayant été annulées ont été mises à jour dans l'[Annexe B](#) (informative), l'[Annexe D](#) (informative) et la Bibliographie;
- corrections éditoriales.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 1133 est disponible sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document est recommandé pour les matériaux stables dont le comportement rhéologique n'est pas sensible à l'historique temps-température subi au cours des essais de détermination de l'indice de fluidité à chaud.

L'ISO 1133-2 est recommandée pour les matériaux dont le comportement rhéologique est sensible à l'historique temps-température de l'essai, par exemple les matériaux qui se dégradent au cours de l'essai. L'ISO 1133-2 est considérée comme particulièrement pertinente pour les plastiques sensibles à l'humidité.

NOTE Au moment de la publication, aucun élément n'indique que l'utilisation de l'ISO 1133-2 pour les matériaux stables donne une meilleure fidélité que l'utilisation du présent document.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1133-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77dcf130-b606-4799-9315-a824a7f841ce/iso-1133-1-2022>

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

Partie 1: Méthode normale

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant le présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de s'assurer du respect des exigences réglementaires.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux modes opératoires pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud en masse (MFR) et en volume (MVR) des matériaux thermoplastiques, 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 est une méthode de mesurage du volume déplacé. En principe, les conditions d'essai pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud sont spécifiées dans la norme relative au matériau avec une référence au présent document. Les conditions normalement utilisées pour l'essai des matériaux thermoplastiques sont énumérées à l'[Annexe A](#).

Le MVR est particulièrement utile pour comparer des matériaux à teneur en charges différentes et pour comparer des thermoplastiques chargés avec ceux non chargés. Le MFR peut être déterminé à partir de mesurages MVR, ou inversement, à condition que la masse volumique à l'état fondu à la température d'essai soit connue.

Le présent document peut également être applicable aux thermoplastiques dont le comportement rhéologique est affecté pendant le mesurage par des phénomènes tels que l'hydrolyse (scission de la chaîne), la condensation et la réticulation, mais uniquement si cet effet est d'ampleur limitée et seulement si la répétabilité et la reproductibilité sont comprises dans des limites acceptables. Le présent document n'est pas approprié pour les matériaux dont le comportement rhéologique varie de façon significative pendant les essais. Dans de tels cas, l'ISO 1133-2 s'applique.

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

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

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, déterminée en termes de masse extrudée par intervalle de temps spécifié

Note 1 à l'article: Le MFR est exprimé en unités de grammes pour 10 min. En variante, les unités acceptées par le SI (Système international) sont les décigrammes par minute, où 1 g/10 min est équivalent à 1 dg/min.

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, déterminée en termes de volume extrudé par intervalle de temps spécifié

Note 1 à l'article: Le MVR est exprimé en unités de centimètres cubes pour 10 min.

3.3
charge

force combinée exercée par la masse du piston et les poids ajoutés, comme spécifié dans les conditions d'essai

Note 1 à l'article: La charge est exprimée en kilogrammes, comme la masse l'exerçant.

3.4
charge compactée préformée

échantillon d'essai préparé sous la forme d'une charge comprimée d'un échantillon de polymère

Note 1 à l'article: Pour introduire rapidement les échantillons dans l'alésage du cylindre et pour garantir un extrudat exempt de vides, il peut être nécessaire de préformer les échantillons se présentant à l'origine sous la forme, par exemple, de poudres ou de paillettes en une charge compactée.

3.5
historique temps-température

historique de la température et du temps auxquels l'échantillon est exposé au cours des essais, y compris la préparation de l'échantillon

3.6
filière normale

filière ayant une longueur nominale de 8,000 mm et un diamètre d'alésage nominal de 2,095 mm

3.7
filière à taille réduite de moitié

filière ayant une longueur nominale de 4,000 mm et un diamètre d'alésage nominal de 1,050 mm

3.8
plastiques sensibles à l'humidité

plastiques ayant des propriétés rhéologiques qui sont sensibles à leur teneur en humidité

Note 1 à l'article: Plastiques qui, lorsqu'ils contiennent de l'eau absorbée et sont chauffés au-delà de leur température de transition vitreuse (pour les plastiques amorphes) ou de leur point de fusion (pour les plastiques semi-cristallins), subissent une hydrolyse qui résulte en une réduction de la masse molaire et, par conséquent, en une réduction de la viscosité à l'état fondu et une augmentation du MFR ou du MVR.

4 Principe

L'indice de fluidité à chaud en masse (MFR) et l'indice de fluidité à chaud en volume (MVR) sont déterminés par extrusion d'un matériau fondu dans le cylindre d'un plastomètre à travers une filière ayant une longueur et un diamètre spécifiés dans des conditions prédéfinies de température et de charge.

Pour le mesurage du MFR (mode opératoire A), des segments de l'extrudat sont pesés à intervalles de temps définis et utilisés pour calculer la vitesse d'extrusion en grammes pour 10 min.

Pour le mesurage du MVR (mode opératoire B), la distance parcourue par le piston en un temps spécifié ou le temps requis pour que le piston parcoure une distance spécifiée est enregistré et utilisé pour calculer la vitesse d'extrusion en centimètres cubes pour 10 min.

Le MVR peut être converti en MFR, ou inversement, si la masse volumique du matériau à la température de l'essai est connue.

NOTE La masse volumique du produit fondu est requise à la température et à la pression de l'essai. Dans la pratique, la pression est faible et les valeurs obtenues à la température d'essai et à la pression ambiante suffisent.

5 Appareillage

5.1 Plastomètre d'extrusion

5.1.1 Généralités. L'appareillage de base se compose principalement d'un plastomètre d'extrusion fonctionnant 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.

5.1.2 Cylindre. Le cylindre doit avoir une longueur comprise entre 115 mm et 180 mm et un diamètre intérieur de $(9,550 \pm 0,007)$ mm et doit être fixé dans une position verticale (voir [5.1.6](#)).

Le cylindre doit être fabriqué à partir d'un matériau résistant à l'usure et à la corrosion jusqu'à la température maximale du système de chauffage. L'alésage doit être réalisé en utilisant des techniques et des matériaux qui produisent une dureté Vickers d'au moins 500 (HV 5 à HV 100) (voir l'ISO 6507-1) et doit être usiné par une technique donnant une rugosité de surface inférieure à R_a (écart moyen arithmétique) égale à $0,25 \mu\text{m}$ (voir l'ISO 21920-2). La finition, les propriétés et les dimensions de sa surface ne doivent pas être affectées par le matériau soumis à essai.

NOTE 1 Pour des matériaux particuliers, des mesurages peuvent être requis à des températures allant jusqu'à 450°C .

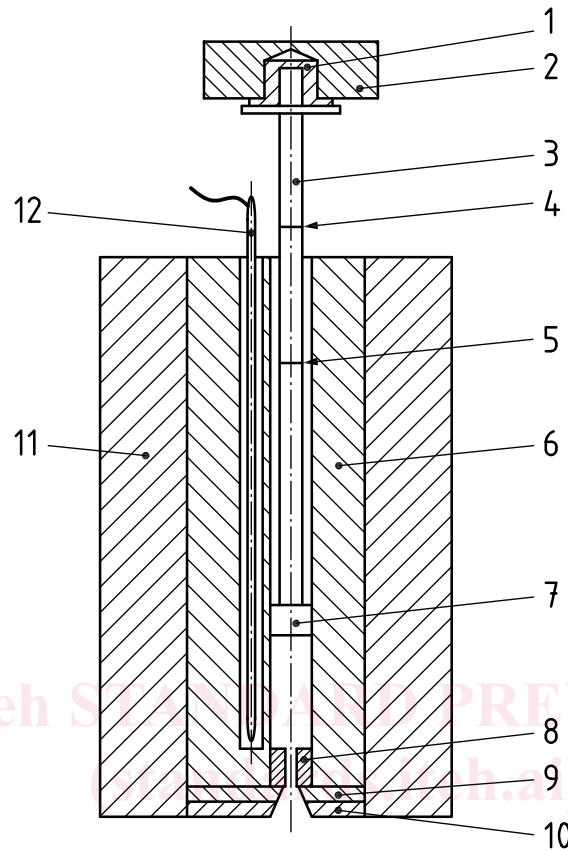
La base du cylindre doit être thermiquement isolée de manière que l'aire du métal exposé soit inférieure à 4 cm^2 et il est recommandé qu'un matériau isolant tel que de l' Al_2O_3 , de la fibre de céramique ou un autre matériau approprié soit utilisé pour éviter l'adhérence de l'extrudat.

Un guide-piston ou tout autre moyen approprié doit être fourni pour réduire le plus possible le frottement dû au non-alignement du piston.

NOTE 2 L'usure excessive de la tête du piston, du piston et du cylindre ainsi que des résultats irréguliers peuvent être des signes d'un non-alignement du piston. Il est recommandé de contrôler visuellement et régulièrement l'usure et le changement d'aspect de la surface de la tête du piston, du piston et du cylindre.

5.1.3 Piston. Le piston doit avoir une longueur de travail au moins égale à celle du cylindre. Le piston doit avoir une tête de $(6,35 \pm 0,10)$ mm de longueur. Le diamètre de la tête doit être de $(9,474 \pm 0,007)$ mm. L'arête inférieure de la tête du piston doit avoir un rayon de $(0,4_{-0,1}^{0,0})$ mm et l'arête supérieure ne doit

pas être tranchante. Au-dessus de la tête, le diamètre du piston doit être réduit à $\leq 9,0$ mm (voir la [Figure 2](#)).



Légende

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

Figure 1 — Appareillage type pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud montrant l'une des configurations possibles

Le piston doit être fabriqué à partir d'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 le matériau soumis à essai. Pour assurer un bon fonctionnement de l'appareillage, le cylindre et la tête du 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.

Sur la tige du piston, deux minces anneaux de repérage doivent être gravés à $(30 \pm 0,2)$ 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 normale est de 20 mm. Ces marques annulaires sur le piston sont utilisées comme repères de référence pendant les mesurages (voir 8.4 et 9.5).

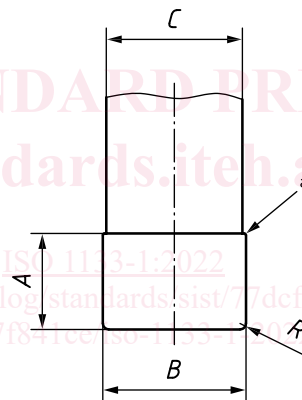
Un goujon peut être ajouté au sommet du piston pour placer et supporter des poids amovibles, mais le piston doit être isolé thermiquement des poids.

Le piston peut être soit évidé, soit plein. Pour les essais avec des charges très faibles, il peut être nécessaire que le piston soit évidé, sinon il pourrait ne pas être possible d'obtenir la plus petite charge prescrite.

Tableau 1 — Dimensions de la tête du piston

Dimensions en millimètres

Longueur de la tête, A	$6,35 \pm 0,10$
Diamètre de la tête, B	$9,474 \pm 0,007$
Diamètre de la tige, C	$\leq 9,0$
Rayon de l'arête inférieure, R	$0,4^{0,0}_{-0,1}$



Légende

- A longueur de la tête
- B diamètre de la tête
- C diamètre de la tige
- R rayon de l'arête inférieure
- a Tranchant de l'arête éliminé.

Figure 2 — Schéma de la tête du piston

5.1.4 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 mesurées ne dépassent pas les valeurs données dans le [Tableau 2](#) pendant toute la durée de l'essai, entre (10 ± 1) mm et (70 ± 1) mm du sommet de la filière normale.

NOTE La température peut être mesurée et contrôlée à l'aide, par exemple, de thermocouples ou de sondes à résistance de platine incorporés dans la paroi du cylindre. Si l'appareillage est ainsi équipé, la température peut ne pas être exactement la même que celle du matériau fondu, mais le système de régulation de la température peut être étalonné (voir [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 $0,1$ °C ou moins.

Tableau 2 — Écart maximal de température admissible en fonction de la distance et du temps pendant l'essai

Températures en degrés Celsius

Température d'essai <i>T</i>	Écart maximal de température admis par rapport à la température d'essai requise: ^a	
	à (10 ± 1) mm au-dessus de la surface supérieure de la filière normale ^b	entre (10 ± 1) mm et (70 ± 1) mm au-dessus de la surface supérieure de la filière normale ^b
125 ≤ <i>T</i> < 250	±1,0 ^c	±2,0
250 ≤ <i>T</i> < 300	±1,0 ^c	±2,5
300 ≤ <i>T</i>	±1,0	±3,0

^a L'écart maximal admis par rapport à la température d'essai requise est la différence entre la valeur vraie de la température et la température d'essai requise. Il doit être évalué sur la durée normale d'un essai, habituellement inférieure à 25 min.

^b Pour la filière à taille réduite de moitié de 4 mm de longueur (voir 5.1.5), les relevés doivent être effectués à 4 mm au-dessus de la surface supérieure de la filière.

^c Pour les températures d'essai < 300 °C, la température à 10 mm au-dessus de la surface supérieure de la filière ne doit pas varier dans le temps de plus 1 °C.

5.1.5 Filière. La filière doit être fabriquée en carbure de tungstène ou en acier trempé. 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 filière doit avoir une longueur de (8,000 ± 0,025) mm. L'alésage 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'alésage doit être durci grâce à une technique donnant une dureté Vickers d'au moins 500 (HV 5 à HV 100) (voir l'ISO 6507-1) et doit être usiné par une technique donnant une rugosité de surface inférieure à *Ra* (écart moyen arithmétique) = 0,25 µm (voir l'ISO 21920-2).

Le diamètre de l'alésage doit être vérifié régulièrement avec un calibre passant/non passant. La filière doit être rejetée si elle ne respecte pas la tolérance. Si le calibre passant/non passant pénètre dans l'alésage sur une distance quelconque, la filière doit être rejetée.

La filière doit avoir des extrémités planes, perpendiculaires à l'axe de l'alésage et exemptes de marques d'usinage visibles. Les surfaces planes de la filière doivent être vérifiées pour garantir que la zone autour de l'alésage n'est pas éclatée. Tout éclat causant des erreurs doit entraîner le rejet de la filière.

La filière doit avoir un diamètre extérieur tel qu'elle se déplace librement à l'intérieur du cylindre, mais qu'il n'y ait pas d'écoulement du matériau le long de sa paroi extérieure, c'est-à-dire entre la filière et le cylindre, au cours de l'essai.

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 l'alésage et l'orifice du cylindre soient coaxiaux.

En cas d'essais de matériaux ayant un MFR > 75 g/10 min ou un MVR > 75 cm³/10 min, une filière ayant une hauteur et un diamètre réduits de moitié, avec une longueur de (4,000 ± 0,025) mm et un diamètre d'alésage de (1,050 ± 0,005) mm peut être utilisée. Aucune entretoise ne doit être utilisée dans le cylindre au-dessous de cette filière pour porter la longueur apparente à 8,000 mm.

La filière ayant une longueur nominale de 8,000 mm et un alésage ayant un diamètre intérieur nominal de 2,095 mm est adoptée comme étant la filière normale à utiliser pour les essais. Lors de l'enregistrement des valeurs MFR et MVR obtenues en utilisant une filière à taille réduite de moitié, il doit être mentionné qu'une filière à taille réduite de moitié a été utilisée.