NORME INTERNATIONALE

ISO 1133-1

Première édition
2011-12-01

Version corrigée
2012-02-01

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

Numéro de référence
ISO 1133-1:2011(F)

© ISO 2011



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ... iv

Introduction ... v

1 Domaine d'application ... 1

2 Références normatives ... 1

3 Termes et définitions ... 2

4 Principe ... 3

5 Appareillage ... 3
5.1 Plastomètre d'extrusion ... 3
5.2 Équipement accessoire ... 7

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
7.2 Nettoyage de l'appareillage ... 10
7.3 Alignement vertical de l'instrument ... 10

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

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 ... 15

10 Rapport des vitesses d'écoulement ... 17

11 Fidélité ... 17

12 Rapport d'essai ... 17

Annexe A (normative) **Conditions d'essai pour les déterminations de MFR et MVR** ... 19

Annexe B (informative) **Conditions spécifiées dans les Normes internationales pour la détermination de l'indice de fluidité à chaud des matériaux thermoplastiques** ... 20

Annexe C (informative) **Dispositif et mode opératoire pour préformer une charge compactée de matériau par compression** ... 21

Annexe D (informative) **Données de fidélité pour le polypropylène obtenues à partir de la comparaison mutuelle des essais MFR et MVR** ... 24

Bibliographie ... 25

© ISO 2011 – Tous droits réservés

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 1133-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette première édition de l'ISO 1133-1 annule et remplace l'ISO 1133:2005. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 1133:2005/Cor.1:2006.

Dans la présente partie de l'ISO 1133, des modifications ont été apportées pour tenir compte de l'ISO 1133-2. En outre, l'Article 3 comprend d'autres définitions pertinentes pour les deux parties de l'ISO 1133; 5.1.3 spécifie l'arête inférieure de la tête de piston; 5.1.4 met à jour les tolérances de température; 5.2.1.7 relatif à un dispositif de préformage a été ajouté; 5.2.2.2 inclut une exactitude du temps de coupe révisée; 8.3 fournit les intervalles de temps de coupe qui sont en accord avec d'autres spécifications figurant dans la présente partie de l'ISO 1133; 8.5.3 et 9.6.3 ont été inclus pour l'expression des résultats des filières à taille réduite de moitié; 9.3 fournit les distances de déplacement minimales du piston qui sont en accord avec d'autres spécifications figurant dans la présente partie de l'ISO 1133; l'Annexe B a été simplifiée pour éviter des incohérences entre celle-ci et les normes de spécifications des matériaux; l'Annexe C a été ajoutée pour la préparation des charges de matériau qui est spécialement adaptée pour soumettre à essai des paillettes ou d'autres particules avec un rapport d'aspect large; l'Annexe D a été ajoutée pour fournir des données de fidélité à partir d'une comparaison mutuelle sur un matériau à haut MVR/MFR.

La présente partie de l'ISO 1133 s'applique aux essais d'indice de fluidité largement équivalents à ceux de l'ISO 1133:2005. L'ISO 1133-2 s'applique aux essais des polymères dont le comportement rhéologique est sensible à l'historique temps-température auquel ils sont soumis au cours des essais d'indice de fluidité à chaud.

L'ISO 1133 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR)*:

— *Partie 1: Méthode normale*

— *Partie 2: Méthode pour les matériaux sensibles à l'historique temps-température et/ou à l'humidité*

La présente version corrigée de l'ISO 1133-1:2011 inclut les corrections suivantes:

— dans l'Avant-propos, avant-dernier alinéa, la deuxième phrase: «L'ISO 1133-2 s'applique aux essais des polymères dont le comportement rhéologique n'est pas sensible à l'historique temps-température auxquel ils sont soumis au cours des essais d'indice de fluidité à chaud.» a été remplacée par la phrase: «L'ISO 1133-2 s'applique aux essais des polymères dont le comportement rhéologique est sensible à l'historique temps-température auquel ils sont soumis au cours des essais d'indice de fluidité à chaud.»;

— en 5.1.3, dernier alinéa, la dernière phrase: «Voir le Tableau 1 et la Figure 3.» a été supprimée.

© ISO 2011 – Tous droits réservés

Introduction

La présente partie de l'ISO 1133 est recommandée 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.

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 de la présente partie de l'ISO 1133.

© ISO 2011 – Tous droits réservés

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 l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. 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 appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1133 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 à la présente partie de l'ISO 1133. 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.

La présente partie de l'ISO 1133 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. La présente partie de l'ISO 1133 n'est pas appropriée aux 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

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 1133-2, *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR) — Partie 2: Méthode pour les matériaux sensibles à l'historique temps-température et/ou à l'humidité*

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

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

© ISO 2011 – Tous droits réservés

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

NOTE 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 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 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 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 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 chaud et une augmentation du MFR ou du MVR.

© ISO 2011 – Tous droits réservés