

Matières plastiques

## Détermination de l'indice de fluidité à chaud des polypropylènes et des composés polypropyléniques

---

### Norme Marocaine homologuée

par arrêté du Ministre de l'Industrie, du Commerce, de l'Energie et des Mines N° 70-02 du 10 Janvier 2002, publié au B.O. N° 4980 du 21 Février 2002.

---

### Correspondance

La présente norme est en large concordance avec la NF T 51-620/1971.

---

### Modifications

---

Elaborée par le comité technique de normalisation des matières plastiques  
Editée et diffusée par le Service de Normalisation Industrielle Marocaine (SNIMA)

---

**SOMMAIRE**

	<b>Page</b>
<b>1 OBJET.....</b>	<b>3</b>
<b>2 PRINCIPE.....</b>	<b>3</b>
<b>3 APPAREILLAGE.....</b>	<b>3</b>
<b>4 NETTOYAGE ET ENTRETIEN DE L'APPAREIL.....</b>	<b>5</b>
<b>5 ECHANTILLONS.....</b>	<b>5</b>
<b>6 ETALONNAGE DU THERMOMETRE DE CONTROLE.....</b>	<b>6</b>
<b>7 MODE OPERATOIRE.....</b>	<b>6</b>
<b>8 EXPRESSION DES RESULTATS.....</b>	<b>8</b>
<b>9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI.....</b>	<b>9</b>

## 1 OBJET

La présente norme marocaine a pour objet de décrire l'appareillage et le mode opératoire à employer pour mesurer, en unités arbitraires, la fluidité à chaud des polypropylènes et composés polypropyléniques dans les conditions définies de température et de pression.

Elle indique 3 méthodes:

- A, B, C dont le choix doit faire l'objet
  - soit de spécifications
  - soit d'un accord préalable.

— **La méthode A** convient à la détermination de l'indice de fluidité à chaud d'un échantillon de polypropylène dont l'indice est supposé compris dans l'intervalle 1,0 à 25 ou d'un échantillon dont l'indice est inconnu.

Elle peut éventuellement être étendue aux intervalles d'indice de fluidité à chaud

- a) compris entre 0,2 et 1,0
- b) situés au-delà de 25 jusqu'à 50.

— **La méthode B** est applicable aux polypropylènes dont l'indice de fluidité mesuré selon la méthode A est compris entre 25 et 250.

— **La méthode C** est donnée à titre d'information.

**NOTE** : Ces trois méthodes conduisent à des résultats ne présentant pas de corrélation précise entre eux (\*).

## 2 PRINCIPE

Mesure de la masse de polypropylène traversant une filière donnée sous l'action d'une pression définie, pendant un temps donné et à une température fixée.

## 3 APPAREILLAGE

L'appareillage se compose principalement d'un plastomètre d'extrusion.

**3.1 Plastomètre d'extrusion** dont la forme générale est celle indiquée par la figure. Il comprend les parties suivantes:

---

(\*) *Les résultats obtenus par les méthodes A et B peuvent cependant, dans la pratique courante être comparés entre eux avec une approximation suffisante.*

**3.11 Un cylindre en acier (\*)** fixé verticalement, dont l'isolation thermique est suffisante pour opérer à la température de 300 °C. La longueur du cylindre doit être comprise entre 115 mm et 180 mm et son diamètre intérieur entre 9,500 mm et 10,000 mm; ce dernier doit être constant à  $\pm 0,025$  mm près sur toute la longueur.

La base du cylindre doit être isolée thermiquement, de telle façon que la surface de métal à nu soit inférieure à 4 cm<sup>2</sup>. Il est recommandé d'utiliser pour cette isolation du polytétrafluoroéthylène (d'épaisseur 3 mm environ) pour éviter le collage du produit extrudé.

**3.12 Un piston en acier (\*\*)** dont la longueur utile est au moins égale à celle du cylindre.

Il doit avoir une tête de: 6,35 mm  $\pm$  0,10 mm de hauteur et de diamètre: inférieur de 0,075 mm  $\pm$  0,015 mm au diamètre intérieur du cylindre.

Ce diamètre doit être connu à 0,025 mm près pour permettre les calculs prévus au paragraphe 3.16. L'arête inférieure de la tête doit être arrondie selon un rayon de 0,4 mm et l'arête supérieure abattue.

Au-dessus de la tête, le diamètre du piston doit être réduit à 9 mm environ.

Un dispositif peut être fixé au sommet du piston pour supporter la masse amovible mais le piston doit être isolé thermiquement de cette masse.

Deux minces anneaux de repérage doivent être gravés sur la tige du piston à 30 mm l'un de l'autre, de telle façon 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.

**3.13 Des éléments chauffants et thermorégularisateurs** permettant de maintenir dans le cylindre la température choisie pour la matière à 0,5 °C près; l'emploi d'un système de contrôle automatique de la température est vivement recommandé.

**3.14 Un thermomètre à mercure en verre** (thermomètre de contrôle) ou tout autre système de mesure de température, placé aussi près que possible de la cavité du cylindre à une distance de 15 mm de la base. Cet appareil de mesure doit permettre de mesurer la température à 0,1 °C près.

**3.15 Des filières en acier trempé** de 8,000 mm  $\pm$  0,025 mm de hauteur. Le diamètre intérieur doit être uniforme sur toute la hauteur à  $\pm 0,005$  mm près.

— Filière A diamètre intérieur 2,09 mm  $\pm$  2,10 mm.

La filière ne doit pas faire saillie au-delà de la base du cylindre.

**REMARQUE :** Toutes les surfaces en contact avec la matière pendant l'essai doivent avoir un poli spéculaire.

---

(\*) Pour assurer un bon fonctionnement de l'appareil, il est recommandé d'utiliser pour le cylindre et le piston des aciers de duretés différentes, le cylindre étant en acier le plus dur.

(\*\*) Le piston peut être évidé ou massif. Pour les essais avec masses faibles, le piston doit être évidé, sinon il n'est plus possible d'obtenir la plus petite masse spécifiée. Lorsque l'essai est réalisé avec des masses plus fortes, un piston évidé n'est pas souhaitable, car la masse la plus élevée entraînerait une déformation d'un tel piston. Dans ce cas, il est possible d'utiliser, soit un piston massif, soit un piston évidé avec des guides adéquats. Si on choisit cette dernière solution, on doit être certain que la dispersion de la chaleur le long du piston, qui est, en général plus forte qu'avec le piston évidé n'affecte pas la température de la matière.

**3.16 Des masses amovibles** à placer sur le sommet du piston de telle façon que la masse totale  $M$  (y compris celle du piston exprimée en grammes, soit à 0,5 % près, celle qui est donnée par la formule :

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

où

$K$  = facteur d'extrusion dépendant de la filière et correspondant à des taux de cisaillement échelonnés.

$D$  = diamètre mesuré de la tête du piston à 0,025 mm près;

$d$  = diamètre mesuré de la filière à 0,005 mm près.

$g$  = accélération de la pesanteur, en millimètres par seconde carrée

$D$  et  $d$  sont exprimés en millimètres.

### 3.2 EQUIPEMENT ACCESSOIRE

- Chronomètre précis à 0,1 s près.
- Balance précise à 0,5 mg près.
- Thermomètre, nécessaire à l'étalonnage du thermomètre de contrôle (paragraphe 3.14), précis à 0,1 °C près.
- Appareil permettant d'introduire l'échantillon dans le cylindre.
- Outil pour couper la matière extrudée. Une spatule à bord aiguisé peut convenir.
- Outillage nécessaire au nettoyage.

## 4 NETTOYAGE ET ENTRETIEN DE L'APPAREIL

**4.1** Nettoyer l'appareil après chaque détermination (\*) avec un solvant, le xylène ou le tétrahydro-naphtalène conviennent bien en général. Ne jamais utiliser de produits abrasifs ou susceptible d'endommager les surfaces du piston, du cylindre ou de la filière pour éliminer les fragments de matières thermoplastiques à leur surface ou pour les manipuler.

**4.2** Nettoyer le piston et le cylindre lorsqu'ils sont encore chauds avec un chiffon ou un écouvillon trempé dans le solvant. Nettoyer la filière au moyen d'une tige de cuivre ou d'une cheville de bois étroitement jointive, puis l'immerger dans le solvant porté à l'ébullition.

## 5 ECHANTILLONS

**5.1** Un polypropylène peut être soumis à l'essai tel quel s'il est prouvé qu'il est stabilisé et si les échantillons sont sous forme de:

- a) granulés extrudés
- b) produit fini coupé en morceaux ou débité en granulés.

Dans le cas de produits sous forme d'éléments de dimensions supérieures à 3 mm réduire ceux-ci en morceaux plus petits.

-----

(\*) *Le nettoyage doit être tout particulièrement soigné, lors d'un changement de matière.*

**5.2** Le polypropylène étant susceptible de se dégrader à haute température par oxydation s'il n'est pas protégé par un antioxydant convenable, il est conseillé de stabiliser la prise d'essai avant l'opération si elle est :

- a) en poudre ou en forme de feuille (épaisseur < 0,5 mm)
- b) de composition inconnue
- c) non nettement protégée par un antioxydant.

Pour ce faire et en l'absence de spécifications particulières au produit examiné; utiliser de préférence un des modes de stabilisation suivants:

- a) Pulvériser 10 g de polypropylène (en comprimés, morceaux découpés, film, poudre) avec 0,01 g d'une solution d'un antioxydant convenable dans 10 ml d'acétone. Après mélange laisser l'acétone s'évaporer à la température ambiante ou sur une plaque chauffante de température 80 °C à 100 °C au plus.
- b) Mélanger au pilon dans un mortier 10 g de polypropylène en poudre avec 0,01 g d'un antioxydant convenable.

**REMARQUE** : Un antioxydant convenable peut être choisi parmi les dérivés alkyl-phénoliques ; par exemple diter butyl hydroxytoluène ou parmi les divers dérivés aromatiques; par exemple N - N' - dinaphtyl-p-phénylènediamine, phenyl-bêta-naphtylamine.

**5.3** Si l'on désire déterminer la dégradation par oxydation du polypropylène ou des composés polypropyléniques à haute température, il faut alors, naturellement, utiliser du polypropylène non stabilisé ou seulement légèrement stabilisé. La dégradation peut être estimée par l'augmentation de l'indice de fluidité à chaud qui se produit avec la prolongation du séjour du polymère dans le cylindre à la température de l'essai.

## 6 ETALONNAGE DU THERMOMETRE DE CONTROLE

Introduire le thermomètre dans le trou prévu sur le cylindre comme indiqué au paragraphe 3.14. Immerger dans la matière thermoplastique un second thermomètre (paragraphe 3.23) de telle façon que son réservoir soit à 10 mm au-dessus de la filière. Lorsque ce thermomètre indique que la température d'essai est atteinte, noter la température indiquée par le thermomètre de contrôle.

La différence algébrique entre les températures indiquées respectivement par le thermomètre immergé et par le thermomètre de contrôle est la correction à apporter à la température lue sur ce thermomètre de contrôle à un instant quelconque de l'essai pour obtenir la température d'extrusion à cet instant.

## 7 MODE OPERATOIRE

**7.1** La méthode à utiliser doit faire l'objet de spécifications particulières ou être choisie par accord préalable.

**NOTE** : La méthode A doit être utilisée dans le cas d'un polypropylène d'indice de fluidité inconnu, de façon à permettre le choix de la méthode à employer.

**7.2** Les conditions opératoires sont indiquées dans le tableau 1 ci-dessous.

TABLEAU 1

Méthodes	Filières		Température °C	Facteur d'extrusion $10^3 \text{ g mm}^3 \text{ s}^{-2}$	Masse nominale kg	Temps de référence	
	Types	Diamètres mm				s	repère
A	A	2,09 à 2,10	230	4 550	2	600	A
B	A	2,09 à 2,10	230	10 550	5	120	B
C	A	2,09 à 2,10	190	21 100	10	600	A

**7.3** Nettoyer l'appareil (voir chapitre 4). Avant chaque série d'essais élever la température du plastomètre à la valeur choisie, et l'y maintenir pendant 15 minutes au moins.

**NOTE :** Dans le cas où le piston est massif la température doit être maintenue pendant 45 minutes au moins.

**7.4** Placer ensuite 4 g à 8 g d'échantillon dans le cylindre selon la fluidité prévue (voir tableau 2 pour exemple). Pendant ce chargement, comprimer la matière en appuyant à la main sur le piston pour assurer un remplissage aussi exempt d'air que possible. Pour les matières dégradables par oxydation, le chargement doit être effectué en une minute. Lâcher le piston, chargé ou non selon l'indice présumé de fluidité de la matière dans le cylindre.

**NOTE :** Si l'indice de fluidité de la matière est élevé, c'est-à-dire au-dessus de 10, la perte d'échantillon lors du pré-chauffage risque d'être importante. Dans ce cas, utiliser le piston non chargé ou faiblement chargé pendant la période de pré-chauffage égale à 4 mn, à la fin de cette période, amener la charge à la valeur voulue.

TABLEAU 2

Indice de fluidité	Masse de l'échantillon dans le cylindre g	Intervalle de temps 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 à 25	6 à 8	10 à 15
> 25	6 à 8	10

**7.5** Quatre minutes après l'introduction de l'échantillon, temps au bout duquel la température doit être revenue à la valeur choisie placer la masse choisie sur le piston s'il n'était pas chargé ou s'il l'était insuffisamment.

Selon la viscosité de la matière, laisser descendre le piston sous l'action de la pesanteur ou le pousser plus rapidement par pression manuelle jusqu'à ce qu'un filament exempt de bulle soit extrudé et que le repère inférieur soit de 5 mm à 10 mm au-dessus du bord supérieur du cylindre. La durée de cette opération ne doit pas excéder 1 minute.

Sectionner la matière extrudée et l'écartier

Laisser alors le piston chargé descendre sous l'action de la pesanteur.

Lorsque le repère inférieur de la tige du piston atteint le bord supérieur du cylindre, couper la matière extrudée avec l'outil de coupe et l'écarter en déclenchant simultanément le chronomètre.

Recueillir ensuite les extrudats successivement coupés à des intervalles de temps tels que la longueur d'un extrudat ne soit pas inférieure à 10 mm et soit de préférence comprise entre 10 mm et 20 mm (le tableau 2 sert de guide pour les intervalles de temps).

Arrêter les coupes lorsque le repère supérieur de la tige du piston atteint le bord supérieur du cylindre. Écarter les extrudats présentant des bulles d'air visibles. Peser individuellement, au milligramme près, après refroidissement, les extrudats conservés 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.

## 8 EXPRESSION DES RESULTATS

### METHODE A

Calculer l'indice de fluidité à chaud symbolisé par l'expression IF (230 A 2 A) par la formule suivante avec deux chiffres significatifs:

$$\text{IF (230 A 2 A)} = \frac{600 \times m}{t}$$

- 230 représente la température de l'essai
- première lettre (A) : indication du type de filière
- 2: masse nominale en kilogrammes (la masse réelle est calculée selon le paragraphe 3.16)
- deuxième lettre (A) : repère du temps de référence: 600 secondes
- m masse moyenne des extrudats obtenus en grammes
- t intervalle de temps en secondes, entre deux coupes d'un extrudat.

### METHODE B

Calculer l'indice de fluidité à chaud symbolisé par l'expression IF (230 A 5 B) par la formule suivante et l'exprimer avec deux chiffres significatifs :

$$\text{IF (230 A 5 B)} = \frac{120 \times m}{t}$$

- 230 représente la température d'essai
- première lettre (A) : indication du type de filière
- 5 : masse nominale en kilogrammes (la masse réelle est calculée selon le paragraphe 3.16)
- deuxième lettre (B) : repère du temps de référence: 120 secondes
- m masse moyenne des extrudats obtenus en grammes
- t intervalles de temps en secondes, entre deux coupes d'un extrudat.



## METHODE C

Calculer l'indice de fluidité à chaud symbolisé par l'expression IF (190 A 10 A) par la formule suivante et l'exprimer avec deux chiffres significatifs:

$$\text{IF (190 A 10 A)} = \frac{600 \times m}{t}$$

- 190 représente la température d'essai
- première lettre (A) : indication du type de filière
- 10: masse nominale en kilogrammes (la masse réelle est calculée selon le paragraphe 3.16)
- deuxième lettre (A) : repère du temps de référence: 600 secondes
- m masse moyenne des extrudats obtenus en grammes
- t intervalle de temps en secondes, entre deux coupes d'un extrudat.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- nature et forme physique de la matière chargée dans le cylindre
- détails du conditionnement
- détails de la stabilisation
- diamètre de la filière, température, masse avec lesquels l'essai a été exécuté
- indice de fluidité
- tout comportement inhabituel de l'éprouvette tel que: décoloration, collage, déformation de l'extrudat, etc.

