

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 974

MATIÈRES PLASTIQUES

MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE FRAGILITÉ AU CHOC

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Février 1969

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

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

ISO/R 974:1969

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/70798d77-8ab2-47cf-afba-1b08b994d588/iso-r-974-1969>

## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 974, *Matières plastiques – Méthode de détermination de la température de fragilité au choc*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, dont le Secrétariat est assuré par le United States of America Standards Institute (USASI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent, en 1964, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En juillet 1965, ce Projet de Recommandation ISO (N° 822) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Argentine	Grèce	R.A.U.
Australie	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Turquie
Colombie	Japon	U.S.A.
Espagne	Nouvelle-Zélande	
Finlande	Pays-Bas	

Quatre Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Allemagne	Suisse
France	U.R.S.S.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en février 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

## MATIÈRES PLASTIQUES

## MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE FRAGILITÉ AU CHOC

## 1. OBJET

- 1.1 La présente Recommandation ISO décrit une méthode pour la détermination de la température à laquelle les matières plastiques, souples à la température ambiante, présentent une rupture fragile dans des conditions spécifiées de déformation. Une variante de cette méthode consiste à utiliser des éprouvettes entaillées, celles-ci présentant alors une rupture fragile pour une température beaucoup plus élevée. La méthode tient compte de la nature statistique de la rupture fragile et prévoit la mise en œuvre d'un nombre d'éprouvettes suffisant pour permettre le calcul de la température de fragilité sur une base statistique.
- 1.2 L'essai de détermination de la "température de fragilité" a été établi à l'origine pour mesurer la température à laquelle un polymère cessait d'être flexible et devenait "fragile comme du verre". En raison de la nature statistique de ces ruptures, la "température de fragilité" est maintenant définie comme indiqué au paragraphe 3.1. La présente méthode détermine les températures auxquelles il y a 50 % de chances de rupture des éprouvettes non entaillées ou entaillées. Cette méthode a été jugée utile pour les besoins des spécifications, bien qu'elle ne détermine pas nécessairement la température la plus basse à laquelle la matière peut être utilisée, puisque la fragilité du polymère de base sera modifiée par les orientations se produisant au cours des transformations ultérieures, par son histoire thermique et par l'ensemble des contraintes appliquées, particulièrement par la vitesse de choc. La précision caractéristique de  $\pm 5^\circ\text{C}$  doit être prise en considération lors de l'établissement des valeurs à utiliser dans les spécifications des produits.

## 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Pliage à  $90^\circ$  des éprouvettes autour d'un mandrin de rayon défini, à une vitesse constante et dans un milieu inerte, dont la température est connue avec précision et étroitement contrôlée.

## 3. DÉFINITIONS

- 3.1 *Température de fragilité.* Température à laquelle il y a une probabilité de rupture de 50 % pour une éprouvette, quand cette dernière est essayée suivant la méthode prescrite. Cette température peut être désignée par  $T_{50}$ .
- 3.2 *Vitesse d'essai.* Vitesse relative du percuteur de la machine d'essai par rapport à l'éprouvette maintenue dans son dispositif de serrage.

## 4. APPAREILLAGE

- 4.1 *Machine d'essai.* La machine d'essai consiste essentiellement en un dispositif de serrage des éprouvettes, un percuteur et un dispositif mécanique destiné à maintenir ceux-ci dans une position convenable l'un par rapport à l'autre et permettant au percuteur de se déplacer à une vitesse constante par rapport aux éprouvettes.

## NOTES

- Des détails sur le percuteur et sur le dispositif de serrage sont indiqués sur les Figures 1 et 2. La Figure 3 est une photographie des mors fixant les éprouvettes.
- Il existe dans le commerce des appareils, satisfaisant aux conditions spécifiées dans ce chapitre, dans lesquels le percuteur est actionné soit par un moteur, soit par un solénoïde, soit par gravité, soit par un ressort. Dans tous les cas, on vérifiera que, dans les conditions de l'essai, la vitesse du percuteur soit bien conforme à la définition donnée au paragraphe 3.2.

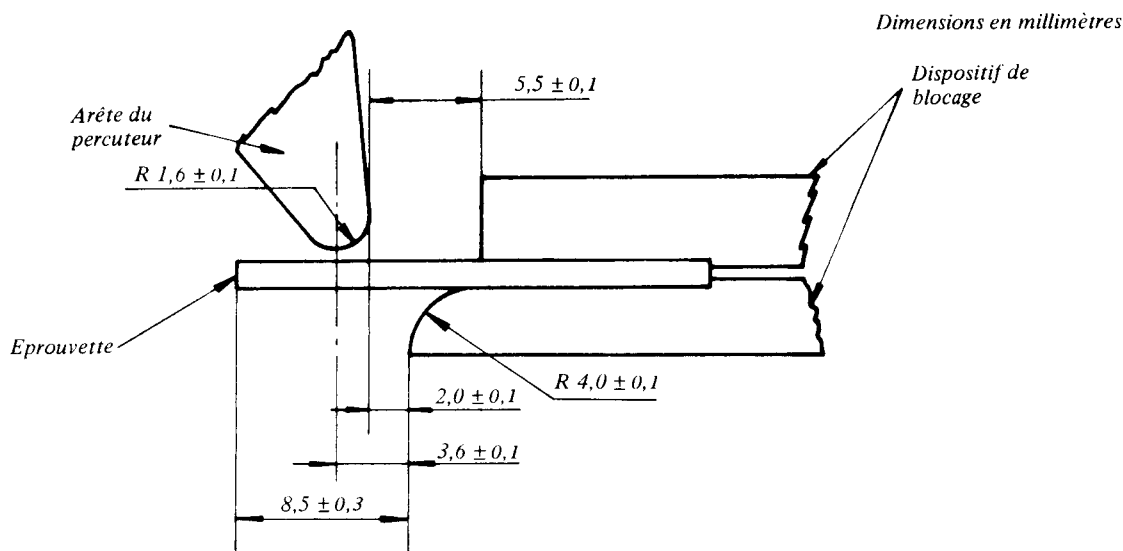


FIG. 1 Indications des dimensions de l'arête du percuteur et du dispositif de blocage  
(Mise en position d'une éprouvette non entaillée)

Les dimensions principales de l'appareil sont les suivantes :

- rayon de l'arête du percuteur :  $1,6 \pm 0,1$  mm;
- rayon de la mâchoire inférieure du dispositif de serrage :  $4,0 \pm 0,1$  mm;
- distance entre le point d'impact du percuteur et le dispositif de serrage :  $3,6 \pm 0,1$  mm;
- espace libre entre le bord extérieur du percuteur et le dispositif de serrage :  $2,0 \pm 0,1$  mm.

La vitesse d'essai doit être de  $200 \pm 20$  cm par seconde, à l'instant du choc et pendant au moins les 0,5 cm de course les plus voisins.

- 4.2 *Indicateur de température.* Placer, aussi près que possible des éprouvettes, un thermocouple constitué de fils de cuivre et de constantan de 0,2 à 0,5 mm de diamètre, soudés à l'une de leurs extrémités (ou un thermomètre équivalent). L'indicateur de température utilisé avec le thermocouple (ou le thermomètre) doit pouvoir couvrir l'intervalle des températures auxquelles l'essai est effectué et permettre de déterminer ces températures avec une précision de  $\pm 0,5$  °C.
- 4.3 *Milieu calorifique.* Utiliser un milieu calorifique liquide ou gazeux, mais de préférence liquide, demeurant fluide à la température de l'essai et n'affectant pas de façon appréciable la matière soumise à l'essai. Ce milieu calorifique doit être maintenu à la température d'essai à  $\pm 0,5$  °C près.

NOTE. — Comme la durée de contact entre les éprouvettes et le liquide calorifique est courte et que la température de l'essai est basse, le mélange méthanol/CO<sub>2</sub> solide a été jugé convenable pour la plupart des matières plastiques. Ce mélange peut être utilisé jusqu'à  $-76$  °C. Au-dessous de cette température, d'autres milieux calorifiques sont nécessaires, par exemple : huiles de silicone, dichlorodifluorométhane/azote liquide, ou bain d'air.

S'il y a un doute au sujet d'une action éventuelle du milieu calorifique sur la matière plastique, mesurer certaines caractéristiques convenablement choisies de cette dernière, avant et après 15 minutes d'immersion dans le liquide à la température la plus élevée utilisée (voir Recommandation ISO/R 175, *Détermination de la résistance des matières plastiques à l'action des agents chimiques*). Ces caractéristiques ne doivent pas varier de façon sensible.

Dimensions en millimètres

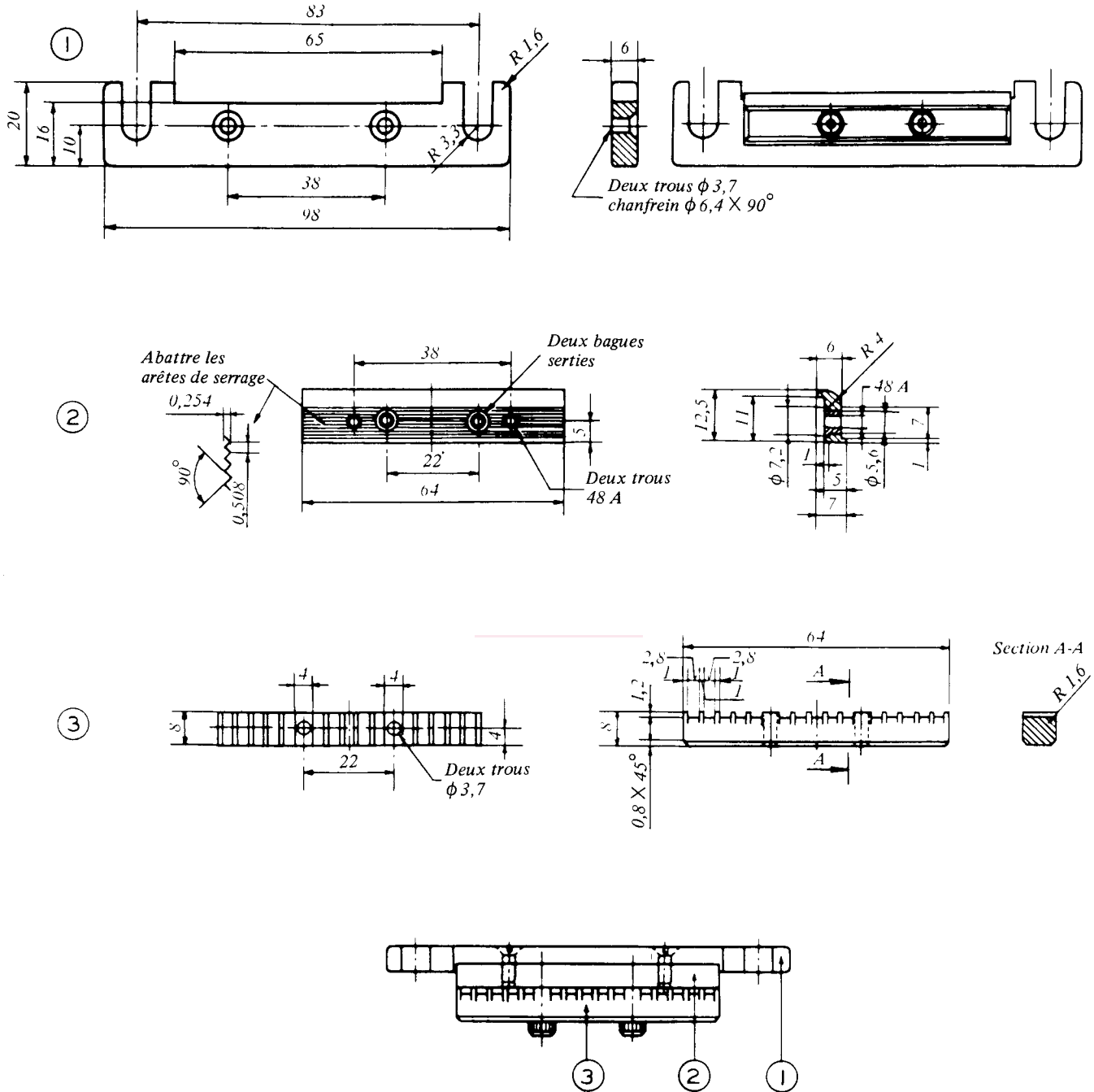


FIG. 2 – Détails d'un type de mors satisfaisant aux exigences du paragraphe 4.1

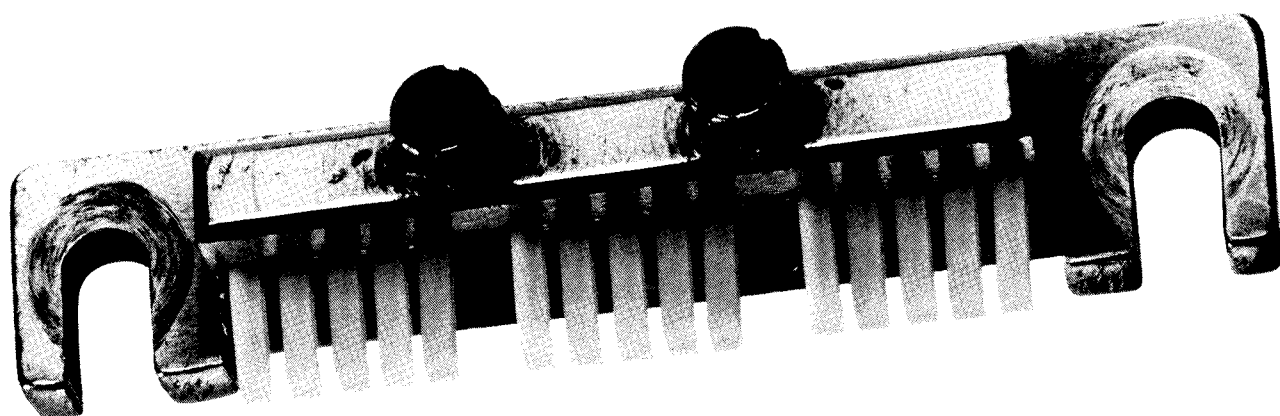


FIG. 3 – Eprouvtes fixées dans les mors

## 5. ÉPROUVETTES

- 5.1 Pour de nombreux polymères, les résultats de l'essai dépendent dans une large mesure des conditions de moulage de l'échantillon et du mode de préparation des éprouvettes (trois méthodes de moulage des polyoléfinés sont décrites en Appendice). Plus les bords des éprouvettes seront nets et plus ces dernières seront exemptes d'entailles accidentelles, plus la température de fragilité mesurée sera basse.

Aussi, il est essentiel que les éprouvettes soient préparées de façon reproductible. Utiliser une lame de rasoir ou un autre outil tranchant pour le découpage des éprouvettes; ce découpage doit être exécuté de préférence en une seule coupe continue. Le découpage des éprouvettes à l'emporte-pièce n'est pas recommandé. Bien qu'il soit possible de préparer des éprouvettes convenables par découpage à la main, il est vivement recommandé d'utiliser le découpage automatique, car il permet de préparer avec précision des éprouvettes semblables d'un laboratoire à l'autre, même avec des opérateurs peu expérimentés. Quelle que soit la méthode utilisée, il est essentiel que le couteau soit fréquemment vérifié et qu'il soit entretenu de façon que son tranchant soit toujours le meilleur possible.

NOTE. — L'utilisation d'un appareil automatique pour le découpage des éprouvettes est débattue par P.N. Besterlink et S. Turner dans un article intitulé *Essai de fragilité du polyéthylène à basse température* - Bulletin ASTM N° 231, 68 (1958).

- 5.2 Découper, dans une plaque échantillon, des éprouvettes de  $20,00 \pm 0,25$  mm de longueur,  $2,50 \pm 0,05$  mm de largeur et  $1,6 \pm 0,1$  mm d'épaisseur. Ces éprouvettes peuvent être prélevées de façon satisfaisante par découpage, de préférence automatique, d'une plaque de l'épaisseur requise et de  $20,00 \pm 0,25$  mm de largeur, en bandes de largeur convenable.
- 5.3 Si l'on désire des éprouvettes entaillées, faire une incision nette vers le milieu de l'un des côtés de l'éprouvette de 20 mm  $\times$  1,6 mm perpendiculairement à son axe longitudinal. Cette incision doit avoir  $0,40 \pm 0,02$  mm de profondeur et être réalisée à l'aide d'une lame de rasoir ou, de préférence, à l'aide de la machine à découper automatique déjà mentionnée.

NOTE. — Pour certaines matières, en particulier pour le polyéthylène, il peut être souhaitable d'utiliser des éprouvettes entaillées, sauf si l'essai est effectué en vue de suivre les effets de vieillissement. La présence de l'entaille a pour double effet de réduire la dispersion des résultats et de faire passer la température de fragilité du polyéthylène d'environ  $100^\circ\text{C}$  à une zone de températures plus accessibles expérimentalement, par exemple au-dessus de  $-70^\circ\text{C}$ . (Voir *Etude de la fragilité du polyéthylène à basse température*, par E.A.W. Hoff et S. Turner - Bulletin ASTM N° 225, 58 (1957).)

## 6. CONDITIONNEMENT

Conditionner les éprouvettes avant l'essai (et après la réalisation de l'entaille, s'il s'agit d'éprouvettes entaillées) suivant la Recommandation ISO/R 291, *Atmosphères normales pour le conditionnement et les essais*.

## 7. MODE OPÉRATOIRE

- 7.1 Serrer fortement les éprouvettes dans le dispositif de serrage et fixer celui-ci sur la machine d'essai. Si l'on utilise des éprouvettes entaillées, placer l'éprouvette de façon que l'entaille soit sur le côté, et non sur les faces supérieure ou inférieure, et, de plus, sur une tangente à la partie inférieure de la courbure du mandrin (bord inférieur du dispositif de serrage).
- 7.2 Amener les éprouvettes à la température d'essai, ce qui, avec un milieu calorifique liquide, demande environ 3 minutes et avec un milieu calorifique gazeux, environ 20 minutes.
- 7.3 Mettre en action la machine d'essai, ce qui a pour effet de plier les éprouvettes autour du mandrin.
- 7.4 Sortir les éprouvettes du milieu calorifique et noter le nombre d'éprouvettes rompues. Une éprouvette est rompue lorsqu'elle s'est séparée en deux ou plusieurs morceaux.
- 7.5 Effectuer l'essai à au moins quatre températures, choisies dans le domaine de températures pour lesquelles le pourcentage de ruptures est compris entre 10 % et 90 %. (Les températures correspondant à 0 % et 100 % de cassures ne sont pas utiles pour la détermination de  $T_{50}$  par la méthode graphique exposée au chapitre 8.)
- 7.6 Utiliser au moins 100 éprouvettes. Si l'essai est effectué à quatre températures, utiliser au moins 25 éprouvettes pour chacune de ces températures. Si l'essai est effectué à plus de quatre températures, on peut utiliser un nombre d'éprouvettes moindre pour chacune d'elles, sans que toutefois ce nombre soit inférieur à 10.



## 8. CALCULS

Porter le pourcentage de ruptures en fonction de la température correspondante sur un graphique de probabilités arithmétiques et tracer la meilleure droite possible à travers les points obtenus. Lire, sur ce graphique, la température de fragilité à l'intersection de cette droite et de l'abscisse de probabilité 50 %.

NOTE. – La température  $T_{50}$  peut aussi être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$T_b = T_h + \Delta T \left( \frac{S}{100} - \frac{1}{2} \right)$$

où

- $T_b$  est la température de fragilité, en degrés Celsius;
- $T_h$  est la température la plus élevée à laquelle toutes les éprouvettes se sont rompues (affectée du signe algébrique + ou - selon que cette température est supérieure ou inférieure à 0 °C);
- $\Delta T$  est la différence constante entre les températures successives auxquelles l'essai a été effectué, en degrés Celsius;
- $S$  est la somme des pourcentages de ruptures à chaque température (à partir de la température à laquelle aucune éprouvette n'a été rompue jusqu'à la température  $T_h$  incluse).

## 9. PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) identification complète de la matière soumise à l'essai, y compris le type, le code de désignation du fabricant, la forme sous laquelle elle se présente et tous les renseignements connus la concernant;
- b) la température de fragilité arrondie au degré Celsius le plus voisin;
- c) le type d'éprouvette utilisé (éprouvettes entaillées ou non);
- d) la méthode utilisée pour la préparation des plaques échantillons;
- e) le mode de conditionnement utilisé et le temps écoulé depuis le moulage ou le recuit;
- f) la nature du milieu calorifique utilisé;
- g) la date de l'essai.

## APPENDICE

## PRÉPARATION DES PLAQUES-ÉCHANTILLONS DE POLYOLÉFINES

## Z.1 GÉNÉRALITÉS

Mouler par compression la plaque d'essai en utilisant un des trois modes opératoires décrits ci-dessous, le choix du mode opératoire dépendant de la matière. Les choix suivants conviendront :

Polymère	Mode opératoire
Polyéthylène de basse ou moyenne densité	A ou C
Polyéthylène de haute densité } Polypropylène	B ou C

## Z.2 MODE OPÉRATOIRE A (recuit au four)

Les plaques nécessaires sont façonnées dans un moule simple en trois parties. Il consiste en un châssis ayant une ouverture en rapport avec les dimensions des plaques d'essais désirées et une profondeur suffisante pour produire des plaques de  $1,6 \pm 0,1$  mm d'épaisseur plus deux tôles de fermeture, lisses, ayant au moins 1 mm d'épaisseur et assez larges pour couvrir le châssis. Deux feuilles d'aluminium laminé propres, de 0,05 à 0,2 mm d'épaisseur et de taille suffisante pour couvrir le châssis, sont également nécessaires.

Nettoyer les tôles de fermeture et les feuilles d'aluminium avec un solvant et les sécher avec soin. Ne pas employer de liquides qui laissent un dépôt ou des cires. Poser alors une tôle à plat et la recouvrir avec une feuille d'aluminium; poser ensuite le châssis sur la feuille, formant ainsi la cavité de moulage.

Bien que des comprimés ou des granulés puissent être chargés directement, il est cependant recommandé de garnir la cavité du moule avec une feuille "crêpe", car le passage sur les cylindres fait disparaître la structure cristalline préexistante. Pour préparer cette feuille "crêpe" les cylindres du broyeur-mélangeur devront être suffisamment chauds pour plastifier la matière, mais pas assez pour la faire fondre. La feuille "crêpe" doit être pliée ou retournée fréquemment sur les cylindres pour favoriser le mélange.

Le moulage par compression qui suit est facilité si les cylindres ont été ajustés pour produire une feuille "crêpe" aussi mince que possible. Les matières plastiques éthyléniques ne doivent pas normalement être broyées pendant plus de 5 minutes afin de réduire au minimum les modifications dues à l'oxydation et à la chaleur.

Charger le moule avec suffisamment de matière pour former une plaque qui remplisse complètement la cavité et ajouter un excès de 2 à 10 % pour les bavures (au plan de joint du moulage). Nivelier la charge puis la recouvrir d'abord avec une feuille d'aluminium propre et sèche et enfin avec la seconde tôle de fermeture. Placer ensuite dans une presse entre les deux plateaux préchauffés et maintenus à une température suffisamment élevée pour plastifier la matière et pour qu'elle adhère à la feuille d'aluminium. Des températures de plateaux de 150 à 180 °C peuvent être nécessaires selon les caractéristiques de la matière à mouler.

En utilisant des pressions basses, la presse est fermée pour établir un bon contact entre plateaux, tôles, feuilles et matière et elle est maintenue dans cette position pendant environ 5 minutes pour fondre la matière. Appliquer ensuite une pression suffisante pour former une plaque lisse, homogène, et maintenir cette pression pendant 5 minutes. Après moulage, refroidir les plateaux à une vitesse convenable.

Lorsque le moule est refroidi jusqu'à 50 °C, ou moins, le sortir de la presse et enlever les tôles de fermetures sans déranger la feuille d'aluminium qui doit adhérer hermétiquement au châssis et à la plaque et doit apparaître lisse et sans rides ou marques d'affaissement.

Si la plaque n'est pas lisse et sans trous, recommencer le pressage. Dans ce cas, couper la plaque au moins en quatre morceaux et les charger dans le moule, comme indiqué ci-dessus, avec suffisamment de matière supplémentaire, de préférence du "crêpe" pour remplacer la matière perdue par les bavures du premier moulage. Presser de nouveau comme décrit dans le paragraphe précédent.