
**Plastiques — Polymères fluorés:
dispersions et matériaux pour moulage et
extrusion —**

iTeh STANDARD PREVIEW

Partie 2:

**Préparation des éprouvettes et détermination
des propriétés**

ISO 12086-2:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5fa7855d-0a66-405b-bc72-2fe9bbfafadb/iso-12086-2-1995>

*Plastics — Fluoropolymer dispersions and moulding and extrusion
materials —*

Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	3
4 Symboles et abréviations	3
5 Échantillonnage	4
6 Préparation des éprouvettes	4
7 Conditionnement et conditions d'essai	4
8 Essais généraux auxquels sont soumis les polymères fluorés	5
8.1 Propriétés électriques	5
8.2 Propriétés mécaniques	6
8.3 Températures de transition	8
8.4 Masse volumique	8
8.5 Inflammabilité par l'indice d'oxygène	8
8.6 Granulométrie et répartition granulométrique	8
9 Essais auxquels sont soumises les dispersions de polymères fluorés	14
9.1 Généralités	14
9.2 Préparation des échantillons pour essai	14
9.3 Séparation du PTFE de la dispersion	15
9.4 Coagulat dans les dispersions	15
9.5 Pourcentages de polymère et de surfactant dans les dispersions aqueuses	16
9.6 Teneur en solides à base de PTFE au moyen d'un hydromètre	16
9.7 pH des dispersions	17
10 Essais auxquels sont soumis le PTFE et les matériaux connexes	17

© ISO 1995

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

10.1	Généralités	17
10.2	Préparation des éprouvettes par moulage	17
10.3	Masse volumique apparente	21
10.4	Pression d'extrusion	25
10.5	Temps d'écoulement de la poudre	29
10.6	Densité après frittage standard (SSG), densité après frittage prolongé (ESG), et indice d'instabilité thermique (TII)	29
10.7	Taux de vide après étirage	34
11	Essais auxquels sont soumis les polymères fluorés thermoplastiques classiques	35
11.1	Préparation des éprouvettes par moulage	35
11.2	Indice de fluidité à chaud en masse (MFR) et indice de fluidité à chaud en volume (MVR)	35
12	Autres méthodes d'essai utilisées avec les polymères fluorés	38
12.1	Température de fragilité des plastiques et des élastomères par impact	38
12.2	Coefficients de frottement statique et dynamique	38
12.3	Temps jusqu'à résistance nulle	38
Annexes		
A	Liste des méthodes d'essai (par ordre alphabétique)	39
B	Propriétés de désignation pour les types courants de polymères fluorés et liste des correspondances entre les tableaux de codes de l'ISO 12086-1 et les méthodes d'essai de l'ISO 12086-2	40
C	Bibliographie	43

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 12086-2:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5fa7855d-0a66-405b-bc72-2fe9bbfafadb/iso-12086-2-1995>

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 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.

La Norme internationale ISO 12086-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

L'ISO 12086 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Polymères fluorés: dispersions et matériaux pour moulage et extrusion*:

- *Partie 1: Système de désignation et base de spécification*
- *Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

Les annexes A, B et C de la présente partie de l'ISO 12086 sont données uniquement à titre d'information.

Plastiques — Polymères fluorés: dispersions et matériaux pour moulage et extrusion —

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés

AVERTISSEMENT — La présente partie de l'ISO 12086 peut impliquer l'exécution d'opérations et l'utilisation de matériaux et d'équipements dangereux. Elle ne prétend pas aborder la totalité des problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 12086 d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant de l'utiliser. Les avertissements des paragraphes 8.6.1.1, 9.7 et 10.6.1.3 soulignent certains dangers spécifiques.

ISO 12086-2:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5fa7855d-0a66-405b-bc72-2fe9bbfafadb/iso-12086-2:1995>

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 12086 prescrit la préparation des éprouvettes et indique les méthodes d'essai à utiliser pour définir les caractéristiques des résines thermoplastiques de polymères fluorés. Les résultats d'essai peuvent être utilisés comme base pour la désignation et/ou la spécification du matériau. La présente partie de l'ISO 12086 décrit les conditions d'essai permettant de déterminer les propriétés de désignation, et d'autres propriétés, des homopolymères et de divers copolymères de monomères fluorés, tels que les dispersions ou les poudres pour moulage, extrusion et autres utilisations. Les modes opératoires mentionnés sont appropriés aux polymères fluorés énumérés dans l'article 4 dont les propriétés de désignation sont prescrites dans l'ISO 12086-1, sans toutefois se limiter à ces matériaux.

1.2 Les propriétés des produits semi-finis et finis fabriqués en résines de polymères fluorés dépendent du matériau utilisé, de la forme de l'objet, de l'état physique et morphologique du matériau résultant des opérations de mise en œuvre, et des conditions d'es-

sal. C'est pourquoi, pour obtenir des résultats d'essai reproductibles, il est nécessaire d'appliquer les méthodes de préparation des éprouvettes et les conditions d'essai définies dans la présente partie de l'ISO 12086.

1.3 Il est préférable que les accords conclus entre vendeur et acheteur soient basés sur des propriétés mesurées en utilisant les éprouvettes et les conditions d'essai décrites dans la présente partie de l'ISO 12086.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 12086. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 12086 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 75-2:1993, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 2: Plastiques et ébonite.*

ISO 178:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en flexion.*

ISO 179:1993, *Plastiques — Détermination de la résistance au choc Charpy.*

ISO 180:1993, *Plastiques — Détermination de la résistance au choc Izod.*

ISO 291:1977, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 293:1986, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

ISO 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire.*

ISO 527-1:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1: Principes généraux.*

ISO 527-2:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 2: Conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion.*

ISO 527-3:1995, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 3: Conditions d'essai pour films et feuilles.*

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1043-1:1987, *Plastiques — Symboles — Partie 1: Polymères de base et leurs caractéristiques spéciales.*

ISO 1043-2:1988, *Plastiques — Symboles — Partie 2: Charges et matériaux de renforcement.*

ISO 1133:1991, *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR).*

ISO 1148:1980, *Plastiques — Dispersions aqueuses de polymères et de copolymères — Détermination du pH.*

ISO 1183:1987, *Plastiques — Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires.*

ISO 4589:1984, *Plastiques — Essais de réaction au feu — Détermination de l'indice d'oxygène.*

ISO 8962:1987, *Plastiques — Dispersions de polymères — Détermination de la masse volumique.*

ISO 12000:—¹⁾, *Plastiques/caoutchouc — Dispersions de polymères et de latex de caoutchouc (naturel et synthétique) — Définitions et revue des méthodes d'essai.*

ISO 12086-1:1995, *Plastiques — Polymères fluorés: dispersions et matériaux pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécification.*

CEI 93:1980, *Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides.*

CEI 243-1:1988, *Méthodes d'essai pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides — Partie 1: Mesure aux fréquences industrielles.*

CEI 250:1969, *Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).*

ASTM D 1746-79(1987), *Test method for brittleness temperature of plastics and elastomers by impact.*

ASTM D 1430-91a, *Specification for polychlorotrifluoroethylene (PCTFE) plastics.*

ASTM D 1457-91a, *Specification for PTFE molding and extrusion materials.*

ASTM D 1894-93, *Test method for static and kinetic coefficients of friction of plastic film and sheeting.*

ASTM D 3418-83(1988), *Test method for transition temperatures of polymers by thermal analysis.*

ASTM D 4052-91, *Test method for density and relative density of liquids by digital density meter.*

ASTM D 4591-93a, *Test method for determining temperatures and heats of transitions of fluoropolymers by differential scanning calorimetry.*

ASTM D 4894-91a, *Specification for polytetrafluoroethylene (PTFE) granular molding and ram extrusion materials.*

1) À publier.

ASTM D 4895-91a, *Specification for polytetrafluoroethylene (PTFE) resins produced from dispersion.*

BS 3406:Part 5:1983, *Methods for determination of particle size distribution — Part 5: Recommendations for electrical sensing zone method (the Coulter principle).*

BS 4641:1986, *Method for specifying electroplated coatings of chromium for engineering purposes.*

3 Définitions

3.1 La terminologie donnée dans l'ISO 472 s'applique à la présente partie de l'ISO 12086, excepté pour les termes définis en 3.2. Les termes définis en 3.1.1 à 3.1.3 sont extraits de l'ISO 472 et reproduits afin de garantir l'absence de tout malentendu.

3.1.1 dispersion: Système hétérogène dans lequel une matière finement divisée est répartie dans une autre matière.

3.1.2 plastique fluoré: Plastique à base de polymères produits avec des monomères contenant un ou plusieurs atomes de fluor, ou de copolymères de tels monomères avec d'autres monomères, le (ou les) monomère(s) fluoré(s) constituant la principale partie en masse.

3.1.3 latex: Dispersion aqueuse colloïdale d'une matière polymérique.

3.2 Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 12086, les définitions additionnelles suivantes s'appliquent.

3.2.1 amorphe: Non cristallin, ou dépourvu de structure régulière.

3.2.2 masse volumique apparente: Masse (en grammes) par décimètre cube de matériau, mesurée dans les conditions d'essai.

3.2.3 copolymère: Polymère formé d'au moins deux types de monomères.

3.2.4 polymère en émulsion (en ce qui concerne les matériaux à base de polymères fluorés): Matériau isolé de son milieu de polymérisation sous forme de dispersion aqueuse colloïdale des solides contenus dans le polymère.

NOTE 1 Cette définition, utilisée dans l'industrie des polymères fluorés, est semblable à celle donnée pour «latex» dans l'ISO 472 et diffère complètement de celle donnée pour «émulsion» dans cette même norme.

3.2.5 plastique fluorocarboné: Plastique à base de polymères produits uniquement avec des monomères perfluorés.

3.2.6 polymère fluoré: Synonyme de *plastique fluoré* (voir 3.1.2).

3.2.7 susceptible d'être mis en œuvre à l'état fondu ou thermoplastique classique: Susceptible d'être mis en œuvre, par exemple par moulage par injection, par extrusion par vis, et suivant toute autre opération couramment utilisée avec les thermoplastiques.

3.2.8 préformage: Compactage de poudre à base de PTFE sous pression dans un moule destiné à donner un objet solide appelé préforme, pouvant être manipulé.

NOTE 2 En ce qui concerne le PTFE, les termes «moulage» et «compactage» sont interchangeables avec «préformage».

3.2.9 frittage (appliqué au PTFE): Traitement thermique pendant lequel le PTFE est fondu puis recristallisé lors du refroidissement, la coalescence se produisant au cours du traitement.

3.2.10 densité après frittage standard (SSG): Densité d'une éprouvette de matériau à base de PTFE préformé, fritté et refroidi en passant par le point de cristallisation à une vitesse de 1 °C/min, conformément au programme de frittage décrit dans la présente partie de l'ISO 12086.

NOTE 3 La SSG du PTFE non modifié est inversement proportionnelle à sa masse moléculaire.

3.2.11 polymère en suspension: Polymère isolé de son milieu de polymérisation liquide sous forme de particules solides ayant une granulométrie nettement supérieure aux dimensions colloïdales.

3.2.12 temps jusqu'à résistance nulle (ZST): Mesure de la masse moléculaire relative du PCTFE.

4 Symboles et abréviations

4.1 Les symboles figurant dans l'ISO 1043-1 et l'ISO 1043-2 s'appliquent à la présente partie de l'ISO 12086.

4.2 La présente partie de l'ISO 12086 traite en particulier des matériaux énumérés ci-après, sans toutefois se limiter à ceux-ci.

PTFE	polytétrafluoroéthylène
PFA	perfluoro(alcoyle alcane)
FEP	copolymère d'(éthylène-propène) perfluoré
EFEP	copolymère d'éthylène-tétrafluoroéthylène-hexafluoropropène
TFE/PDD	copolymère de (tétrafluoroéthylène-dioxole) perfluoré
VDF/HFP	copolymère de fluorure de vinylidène-hexafluoropropène
VDF/TFE	copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène
VDF/TFE/HFP	copolymère de fluorure de vinylidène-tétrafluoroéthylène-hexafluoropropène
ETFE	copolymère d'éthylène-tétrafluoroéthylène
PVDF	poly(fluorure de vinylidène)
VDF/CTFE	copolymère de fluorure de vinylidène-chlorotrifluoroéthylène
PCTFE	polychlorotrifluoroéthylène
PVF	poly(fluorure de vinyle)
ECTFE	copolymère d'éthylène-chlorotrifluoroéthylène

4.3 Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 12086, les abréviations suivantes s'appliquent, en plus de celles données en 3.2 et 4.2.

AF	polymère fluoré amorphe
ESG	densité après frittage prolongé (voir 10.6)
MFR	indice de fluidité à chaud en masse (voir 11.2)
MVR	indice de fluidité à chaud en volume (voir 11.2)
SSG	densité après frittage standard (voir 10.6)

SVI	taux de vide après étirage (voir 10.7)
TII	indice d'instabilité thermique (voir 10.6)
ZST	temps jusqu'à résistance nulle (voir 12.3)

5 Échantillonnage

Il convient d'échantillonner les matériaux de préférence conformément à l'ISO 842. Un échantillonnage statistique adéquat doit être considéré comme une alternative acceptable. Des dispositions particulières sont incluses dans l'article pertinent.

6 Préparation des éprouvettes

Dans les cas applicables, les normes ISO doivent être utilisées pour la préparation des éprouvettes. Lorsque des modes opératoires particuliers sont requis, ils sont décrits soit dans les dispositions générales, soit dans la méthode.

7 Conditionnement et conditions d'essai

7.1 Pour les essais portant sur la densité relative, les propriétés de traction et les propriétés électriques, conditionner les éprouvettes moulées dans l'atmosphère 23 de l'ISO 291 pendant au moins 4 h avant l'essai. Les autres essais ne nécessitent aucun conditionnement.

NOTE 4 En ce qui concerne le PVDF, certains producteurs recommandent d'attendre une semaine après le moulage avant d'effectuer les essais afin de minimiser les effets de la postcristallisation.

7.2 Effectuer les essais à une température de laboratoire de $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pour déterminer uniquement la densité relative, les propriétés de traction et les propriétés électriques. (Voir note 5 de commentaires relative au PTFE.) Du fait que les résines de polymères fluorés n'absorbent pas l'eau, il n'est pas nécessaire de maintenir un taux d'humidité constant pendant les essais. Pour la température de pic de fusion et pour l'indice de fluidité, effectuer les essais dans les conditions couramment adoptées en laboratoire.

NOTE 5 Il est préférable de maintenir une température minimale de 22 °C dans le cas du PTFE en raison de sa transition du premier ordre tout juste inférieure à 22 °C , celle-ci influant sur les propriétés déterminées à des températures légèrement inférieures. Cette influence de la température est particulièrement importante lors de la détermination de la masse volumique/densité relative.

8 Essais généraux auxquels sont soumis les polymères fluorés

Les propriétés requises à des fins de désignation et/ou de spécification doivent l'être conformément aux normes internationales ou nationales énumérées dans l'article 2 ou aux modes opératoires donnés dans la présente partie de l'ISO 12086. Les tableaux de valeurs relatifs aux propriétés de désignation et les codes correspondants figurent dans l'ISO 12086-1. Des tableaux de valeurs et des codes sont également inclus dans la présente partie de l'ISO 12086 pour un grand nombre de propriétés restantes qui sont nécessaires pour compléter les propriétés de désignation à des fins de spécification ou autres.

8.1 Propriétés électriques

8.1.1 Constante diélectrique et facteur de perte

Déterminer ces propriétés sur trois éprouvettes, chacune ayant un diamètre de 100 mm conformément à la CEI 250. Les fréquences généralement utilisées pour les essais sont 100 Hz, 1 kHz, 1 MHz et 100 MHz. Pour certaines applications, il est important de connaître ces valeurs aux températures élevées et à celles inférieures à la température ambiante. Les codes adoptés pour les fréquences d'essai et les valeurs des différentes propriétés sont donnés dans les tableaux 1 et 2.

NOTE 6 Comme beaucoup d'autres propriétés, les propriétés électriques varient en fonction de la température.

8.1.2 Rigidité diélectrique

Déterminer cette propriété conformément aux modes opératoires de la CEI 243-1. Les codes adoptés pour les valeurs de cette propriété sont données dans le tableau 3.

NOTE 7 La rigidité diélectrique, exprimée en kilovolts par millimètre, varie en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.

Tableau 1 — Codes pour les fréquences d'essai

Code	Fréquence d'essai
2	100 Hz
3	1 kHz
6	1 MHz
8	100 MHz

Tableau 2 — Codes et plages pour la constante diélectrique et le facteur de perte

Code	Constante diélectrique	Code	Facteur de perte
A	< 1,6	A	< 0,000 1
B	1,6 à < 1,8	B	0,000 1 à < 0,000 2
C	1,8 à < 2,0	C	0,000 2 à < 0,000 4
D	2,0 à < 2,2	D	0,000 4 à < 0,000 6
E	2,2 à < 2,4	E	0,000 6 à < 0,000 8
F	2,4 à < 2,6	F	0,000 8 à < 0,001 0
G	2,6 à < 2,8	G	0,001 0 à < 0,001 2
H	2,8 à < 3,0	H	0,001 2 à < 0,001 4
I	3,0 à < 3,2	I	0,001 4 à < 0,001 6
J	3,2 à < 3,4	J	0,001 6 à < 0,001 8
K	3,4 à < 3,6	K	0,001 8 à < 0,002 0
L	3,6 à < 4,0	L	0,002 0 à < 0,002 2
M	4,0 à < 4,5	M	0,002 2 à < 0,002 4
N	4,5 à < 5,0	N	0,002 4 à < 0,002 6
O	5,0 à < 5,5	O	0,002 6 à < 0,002 8
P	5,5 à < 6,0	P	0,002 8 à < 0,003 0
Q	6,0 à < 6,5	R	0,003 0 à < 0,003 5
S	6,5 à < 7,0	S	0,003 5 à < 0,004 0
T	7,0 à < 8,0	T	0,004 0 à < 0,006 0
U	8,0 à < 9,0	U	0,006 0 à < 0,008 0
V	9,0 à < 10,0	V	0,008 0 à < 0,010
W	10,0 à < 11,0	W	0,010 à < 0,030
X	11,0 à < 12,0	X	0,030 à < 0,10
Y	12,0 à < 14,0	Y	≥ 0,1
Z	≥ 14,0		

Tableau 3 — Codes et plages pour la rigidité diélectrique

Code	Rigidité diélectrique (kV/mm)
A	< 5
B	5 à < 10
C	10 à < 15
D	15 à < 20
E	20 à < 25
F	25 à < 30
G	30 à < 35
H	35 à < 40
I	40 à < 45
J	45 à < 50
K	50 à < 55
L	55 à < 60
M	60 à < 65
N	65 à < 70
O	70 à < 75
P	75 à < 80
Q	80 à < 85
R	85 à < 90
S	90 à < 95
T	95 à < 100
U	≥ 100

8.1.3 Résistivité superficielle

Déterminer cette propriété conformément à la CEI 93. Les codes et les plages sont indiqués dans le tableau 4.

Tableau 4 — Codes et plages pour la résistivité superficielle

Code	Résistivité superficielle (Ω)
A	$< 10^3$
B	10^3 à 10^{12}
C	$> 10^{12}$

8.2 Propriétés mécaniques

8.2.1 Propriétés au choc

Déterminer les propriétés au choc conformément aux modes opératoires de l'ISO 180 concernant la résistance au choc Izod et de l'ISO 179 concernant la résistance au choc Charpy. Les codes et les plages sont indiqués dans le tableau 5. La méthode utilisée, les dimensions de l'éprouvette et le type d'entaille doivent être rapportés en plus du code pour la résistance au choc.

Tableau 5 — Codes et plages pour les propriétés au choc

Code	Résistance au choc (J/m)
A	< 100
B	120 à < 140
C	140 à < 160
D	160 à < 180
E	180 à < 200
F	200 à < 300
G	300 à < 400
H	400 à < 500
I	500 à < 600
J	600 à < 700
K	700 à < 800
L	800 à < 900
M	≥ 900

8.2.2 Propriétés de traction

8.2.2.1 Polymères fluorés dont le module d'élasticité en traction ne doit pas être déterminé

8.2.2.1.1 Les films déroulés en PTFE d'épaisseur inférieure ou égale à 0,125 mm doivent être essayés conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 527-3:1995, en utilisant l'éprouvette type 2.

8.2.2.1.2 Pour les éprouvettes autres que les films déroulés mentionnés en 8.2.2.1.1 (d'épaisseur inférieure ou égale à 0,125 mm), préparer cinq éprouvettes au moyen de l'emporte-pièce décrit à la figure 1. L'emporte-pièce doit être du type outil-filet, avec une courbure de $5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ (voir note 8). Déterminer les propriétés de traction conformément aux modes opératoires décrits dans l'ISO 527-1, à cette différence près que les éprouvettes utilisées doivent être telles que détaillées ci-dessus. L'écartement initial des mâchoires doit être de $22,0 \text{ mm} \pm 0,13 \text{ mm}$ et la vitesse d'essai de $50 \text{ mm/min} \pm 5 \text{ mm/min}$. Serrer les éprouvettes entre les mâchoires en utilisant des longueurs de serrage sensiblement égales. Relever l'allongement sur le diagramme d'enregistrement et l'exprimer en pourcentage de l'écartement initial des mâchoires. Lors de la détermination de l'allongement à partir du diagramme, tracer une droite perpendiculaire du point de rupture à l'axe du temps. Mesurer la distance sur l'axe du temps entre le bas de cette droite et le début de la courbe charge-temps. À titre de solution de rechange, il est possible d'utiliser un extensomètre pour déterminer l'allongement.

NOTE 8 L'utilisation d'un emporte-pièce du type outil-filet est considérée comme satisfaisante pour répondre à l'objectif recherché. Ces emporte-pièces peuvent être obtenus auprès de: Stansvormenfabriek Vervloet B.V., Postbus 220, Gantelweg 15, 3350 AE Papendrecht, Pays-Bas, Tél.: (078) 510-77, Télécopie (078) 41-05-45, et de: Accurate Steel Rule Die Co., 22 West 21st Street, New York, NY 10010, USA, Tél.: (212) 242-3606. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 12086 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. D'autres sources peuvent être disponibles ou un emporte-pièce peut être réalisé d'après les détails de la figure 1.

Calculer l'allongement pour cent à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{Allongement, \%} = \frac{100d}{22,0m}$$

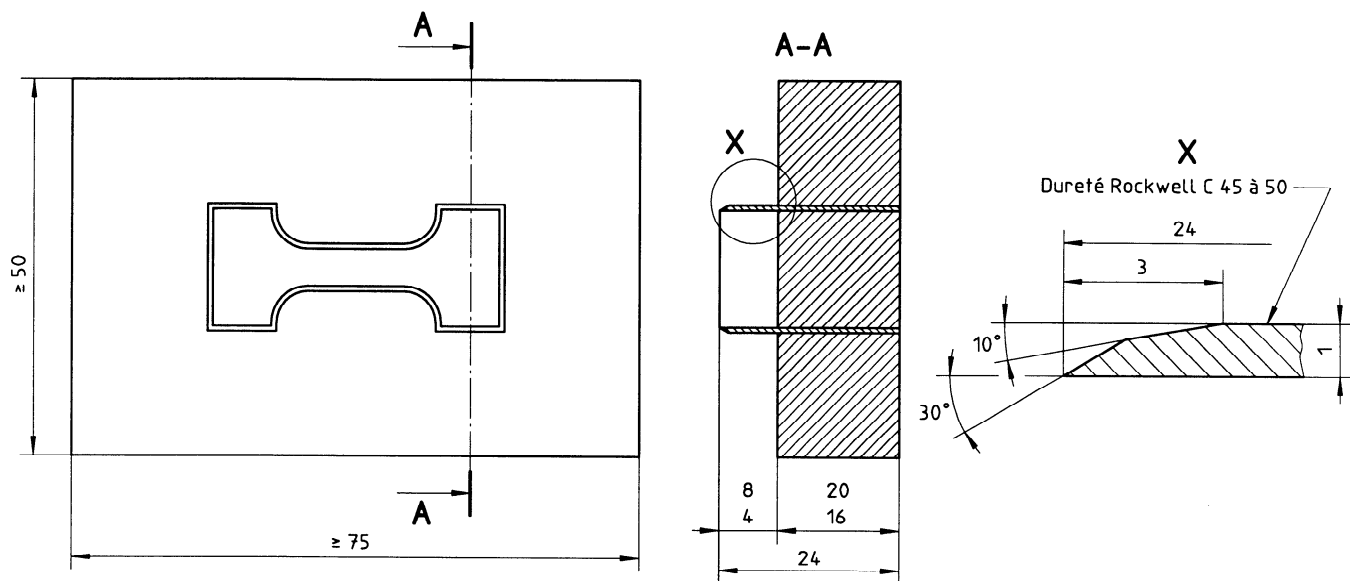
où

d est l'abscisse du point de rupture, en millimètres, sur le diagramme;

m est le rapport de la vitesse de déroulement du papier enregistreur à la vitesse de déplacement de la traverse (toutes deux dans la même unité);

22,0 est un facteur permettant le fait que d soit en millimètres.

Dimensions en millimètres



Emporte-pièce du type outil-filet
 (Les dimensions intérieures de l'emporte-pièce correspondent à celles de l'éprouvette.)
 Affûter uniquement le bord extérieur de l'emporte-pièce (comme représenté en A-A)

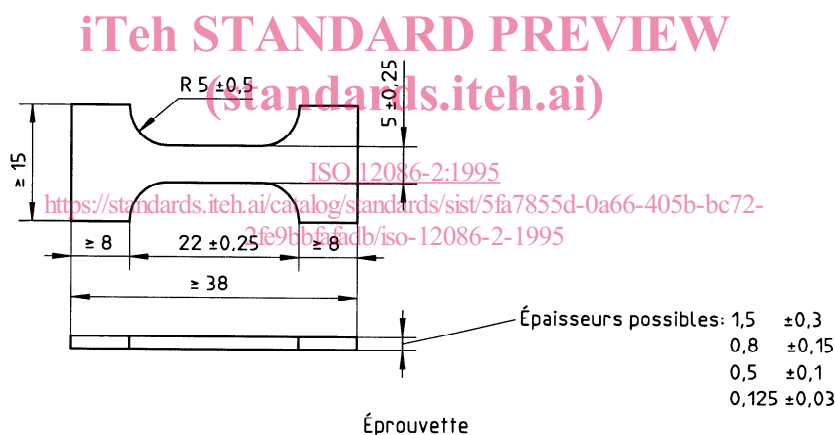


Figure 1 — Emporte-pièce de microtraction

8.2.2.1.3 La norme ASTM D 1457 comprend un résumé des données relatives à la fidélité des essais de résistance à la traction et d'allongement à la rupture auxquels sont soumis le PTFE, le FEP et le PFA. Des essais interlaboratoires complémentaires portant sur l'utilisation de l'emporte-pièce de microtraction sont actuellement en cours au sein du comité ASTM D-20.

Le biais est une erreur systématique qui contribue à la différence existant entre le résultat d'essai et la valeur vraie (ou de référence). Aucune norme admise

ne peut servir de base pour évaluer le biais qui caractérise la présente méthode d'essai.

8.2.2.2 Polymères fluorés dont le module de traction doit être déterminé

Déterminer les propriétés de traction conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 527-2:1993, en utilisant l'éprouvette 5A et une vitesse de déplacement de la traverse de 50 mm/min ± 5 mm/min. Pour déterminer le module d'élasticité en traction, utiliser une vitesse de déplacement de la traverse de 1 mm/min.

8.2.3 Module de flexion

Déterminer cette propriété conformément aux modes opératoires de l'ISO 178.

8.3 Températures de transition

8.3.1 Température de fléchissement sous charge

Déterminer cette température conformément aux modes opératoires de l'ISO 75-2.

8.3.2 Température(s) de transition vitreuse

Déterminer ces températures conformément aux modes opératoires de l'ASTM D 3418.

8.3.3 Température de pic de fusion

Les caractéristiques de la température de pic de fusion sont propres aux polymères fluorés et contribuent à l'identification d'un matériau donné. Cette détermination peut être réalisée en appliquant les modes opératoires de l'ASTM D 4591 complétés par les dispositions de l'ASTM D 3418.

8.3.3.1 Les échantillons/éprouvettes utilisés pour déterminer la température de pic de fusion peuvent se présenter sous forme de poudre en l'état, de polymère sec séparé d'une dispersion, ou de la quantité requise prélevée sur un granulé ou une pièce fabriquée en résine telle que vendue ou reçue. L'essai doit être réalisé sur une éprouvette de $10 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ de polymère sec. Il est souhaitable, mais pas essentiel, de soumettre deux éprouvettes aux essais, chacune d'entre elles étant utilisée à deux reprises en appliquant un cycle de chauffage et un cycle de refroidissement.

Certains polymères fluorés tels que le PTFE ont un comportement à la première fusion de la poudre vierge différent de celui qui les caractérise au cours des déterminations suivantes lors desquelles les températures de pic de fusion sont moins élevées. On doit mesurer à la fois le premier et le deuxième point de fusion. Dans le cas du PTFE, le deuxième point de fusion intervient en général à $327 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$. Le premier point de fusion est normalement supérieur au deuxième d'au moins 5 °C .

8.3.3.2 Pour cette détermination, appliquer la technique de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) décrite dans l'ASTM D 3418 et l'ASTM D 4591. La vitesse de montée en température doit être de $10 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ par minute. Deux pics sont parfois ob-

servés pendant l'essai de fusion initial. Lorsque cela est le cas, noter les températures des pics comme étant T_1 pour la température la plus basse, et T_u pour la température la plus élevée. Noter la température correspondant au pic le plus haut comme étant le point de fusion si une seule valeur est requise. Si l'une des températures de pic est difficile à discerner à partir des courbes — c'est-à-dire si le pic est arrondi au lieu d'être pointu — tracer des droites rectilignes tangentiellement aux côtés du pic. Considérer que la température de pic correspond au point d'intersection de ces droites au-delà du pic.

8.3.3.3 Il est possible de mettre en œuvre d'autres techniques thermiques si l'utilisateur démontre qu'elles peuvent permettre de mesurer la température de pic de fusion et de fournir des résultats significativement équivalents.

8.4 Masse volumique

Prélever deux éprouvettes sur un échantillon de moulage ou sur tout autre échantillon solide, et procéder à l'essai conformément à l'ISO 1183. En cas d'utilisation de la méthode D, la solution contenue dans le tube doit présenter un gradient linéaire de masse volumique comme prescrit dans le tableau approprié relatif au polymère fluoré essayé.

8.5 Inflammabilité par l'indice d'oxygène

Appliquer le mode opératoire de l'ISO 4589.

8.6 Granulométrie et répartition granulométrique

Les modes opératoires de tamisage à l'état humide et à sec décrits en 8.6.1 et 8.6.2 sont largement appliqués avec le PTFE et les matériaux connexes. Le mode opératoire de variation de résistance décrit en 8.6.3 (principe de Coulter) est fréquemment employé avec le PVDF, les résines de charge à base de PTFE et les poudres de PTFE en suspension finement broyées. Les modes opératoires de diffusion de la lumière décrits en 8.6.4 sont de plus en plus largement utilisés avec tous les polymères fluorés. L'emploi d'instruments automatiques ou autres, fournissant des résultats équivalents, doit être considéré comme étant une solution de rechange acceptable par rapport aux modes opératoires détaillés décrits dans la présente partie de l'ISO 12086. L'ASTM F 660 (voir annexe C) fournit une pratique normalisée permettant de comparer la granulométrie déterminée au moyen de différents types de compteurs automatiques de particules.

8.6.1 Analyse par tamisage à l'état humide

8.6.1.1 Importance et utilisation

La fabrication des résines à base de PTFE par moulage ou extrusion est considérablement influencée par la dimension des particules (ou des agglomérats) et par leur répartition granulométrique. La granulométrie moyenne des résines à base de PTFE est déterminée par fractionnement du matériau au moyen d'une série de tamis. Le fait de pulvériser la poudre sur le tamis avec un liquide organique qui la mouille, élimine les grumeaux et empêche tout colmatage des ouvertures du tamis, facilite le fractionnement en question. Le liquide prescrit dans les modes opératoires d'essai publiés est le perchloroéthylène (voir avertissement). L'expérience a montré que l'alcool isopropylique ou l'alcool éthylique donnent des résultats équivalents à ceux obtenus avec le perchloroéthylène.

AVERTISSEMENT — Le perchloroéthylène fait l'objet d'études menées par l'industrie et les organisations gouvernementales dans le but de détecter s'il présente un effet cancérigène. Il est recommandé de porter des gants de protection en nitrile ou butyle afin d'éviter tout contact entre le produit et la peau, et d'aérer convenablement pour éliminer les vapeurs.

8.6.1.2 Appareillage et produits

8.6.1.2.1 Balance, permettant d'effectuer des pesées à 0,1 g près.

8.6.1.2.2 Tamis, de 203 mm de diamètre conformes à l'ISO 565. Il est proposé d'utiliser les ouvertures de mailles suivantes (numéros de tamis): 1,4 mm (n° 14), 1 mm (n° 18), 710 µm (n° 25), 500 µm (n° 35), 355 µm (n° 45), 250 µm (n° 60) et 180 µm (n° 80). Les numéros de tamis équivalents, donnés à titre d'information, sont ceux définis dans l'ASTM E 11 (voir annexe C). Tout autre type de tamis peut être utilisé à condition de permettre l'obtention de résultats équivalents. Il est bon d'utiliser une série de tamis dont les ouvertures sont uniformément liées sur une échelle logarithmique.

8.6.1.2.3 Hotte de ventilation.

8.6.1.2.4 Six béchers tarés, de 150 ml de capacité.

NOTE 9 À titre de solution de rechange, les tamis peuvent être tarés, séchés et pesés sur une balance afin d'éviter les erreurs qui sont susceptibles d'être introduites pendant le transfert des échantillons fractionnés dans les béchers tarés.

8.6.1.2.5 Appareillage pour le tamisage et la pulvérisation.

La figure 2 représente une configuration d'appareillage permettant de faire recirculer le liquide de pulvérisation. L'équipement doit être placé sous une hotte de ventilation ou dans une zone convenablement ventilée, et les diverses opérations doivent être effectuées dans ces mêmes conditions.

8.6.1.3 Liquide de pulvérisation, 20 litres.

Voir commentaires et avertissement en 8.6.1.1. Bien que l'on emploie habituellement du perchloroéthylène, il est possible d'utiliser tout autre liquide à condition d'avoir examiné soigneusement son aptitude à l'emploi et les dangers liés à son utilisation et d'avoir démontré que l'utilisation dudit liquide a précédemment donné satisfaction.

8.6.1.4 Mode opératoire

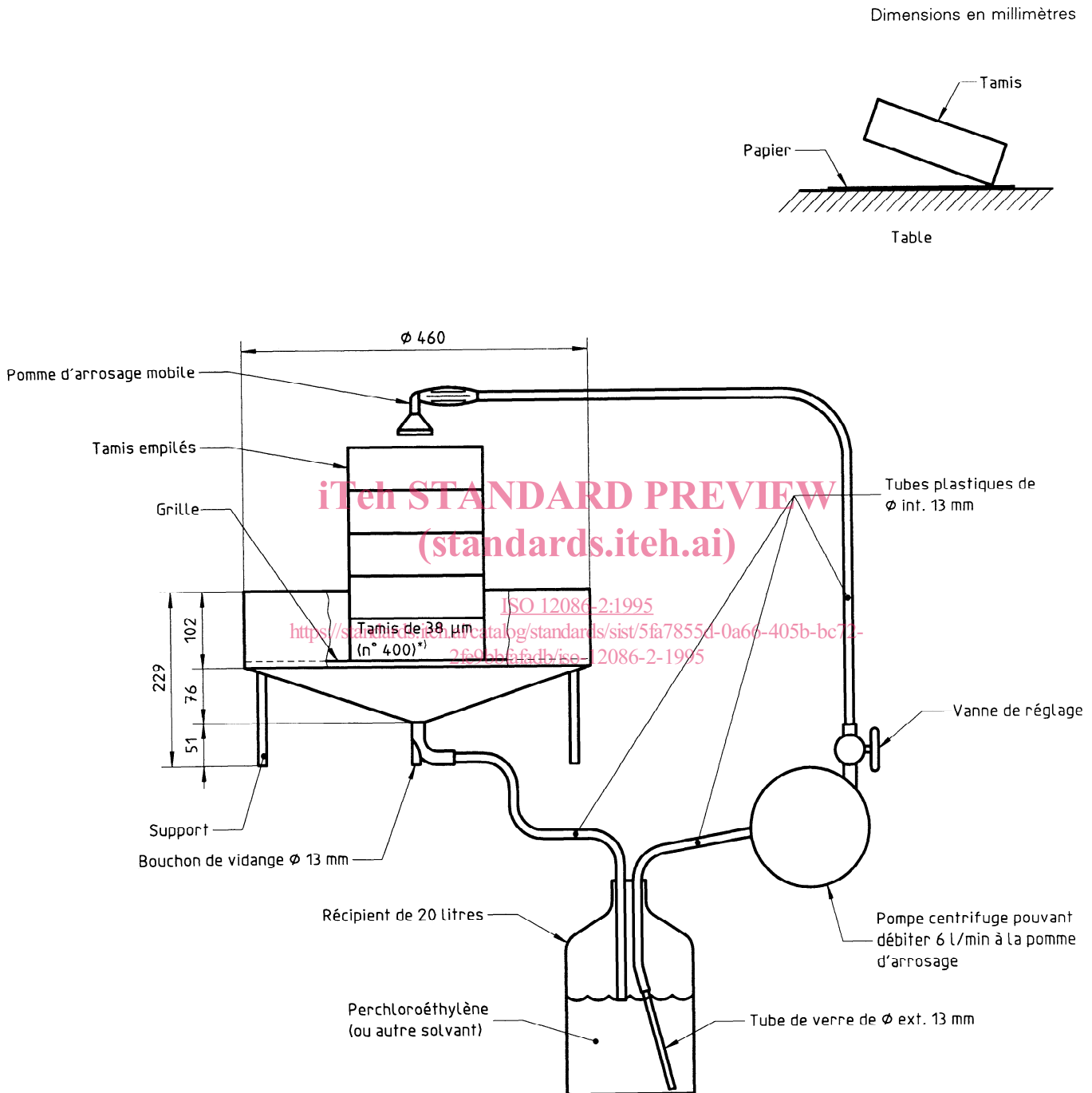
8.6.1.4.1 Peser une prise d'essai de 10 g pour les poudres ayant une granulométrie inférieure à 100 µm ou de 50 g pour celles ayant une granulométrie supérieure. Régler le débit du liquide de pulvérisation à 6 l/min ± 0,5 l/min.

8.6.1.4.2 Placer la résine une fois pesée sur le tamis du dessus et la pulvériser avec le liquide organique pendant 1 min ± 0,2 min. La pomme d'arrosage doit se situer à peu près au même niveau que le haut du tamis et être manipulée suivant un mouvement circulaire. Veiller à éliminer tous les grumeaux et à débarrasser les parois du tamis de toute trace de matériau.

8.6.1.4.3 Retirer le tamis du dessus et le placer dans la hotte pour le sécher jusqu'à ce que tous les tamis puissent être séchés à l'étuve comme décrit en 8.6.1.4.4.

8.6.1.4.4 Répéter les modes opératoires prescrits en 8.6.1.4.2 et 8.6.1.4.3 jusqu'à ce que les tamis aient tous été pulvérisés. Les sécher dans une étuve ventilée à au moins 90 °C jusqu'à un maximum de 130 °C pendant au moins 15 min et au plus 30 min, puis les laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Éliminer la résine de chaque tamis en tapotant sur un morceau de papier comme le montre le détail en médaillon de la figure 2. Transférer chaque fraction dans un bécher taré et peser à 0,1 g près.

8.6.1.4.5 Noter la masse de résine qui se trouvait sur chaque tamis.



*) Utiliser un tamis fin pour éviter que du matériau n'aïlle dans le réservoir.
 Un tamis standard de 38 µm a été jugé satisfaisant.

Figure 2 — Appareillage d'analyse par tamisage à l'état humide

8.6.1.4.6 Nettoyer le tamis en le renversant sur du papier filtre et en le pulvérisant avec le liquide organique. Veiller à éviter que la résine ne contamine le liquide de pulvérisation.

8.6.1.5 Expression des résultats

8.6.1.5.1 Calculer le pourcentage net de résine retenu par chacun des tamis comme suit:

Pourcentage net de résine sur le tamis $Y = F \times$ masse, en grammes, sur le tamis Y

où

$F = 2$ dans le cas d'une prise d'essai de 50 g;

$F = 10$ dans le cas d'une prise d'essai de 10 g.

8.6.1.5.2 Calculer le pourcentage cumulé de résine sur chacun des tamis comme suit:

Pourcentage cumulé de résine sur le tamis $Y =$

somme des pourcentages nets sur le tamis Y et les tamis d'ouverture plus grande (c'est-à-dire portant des numéros inférieurs à Y)

EXEMPLE

Le pourcentage cumulé de résine sur le tamis de 500 μm (n° 35) est égal au pourcentage net sur le tamis de 1,4 mm (n° 14) plus le pourcentage net sur le tamis de 1 mm (n° 18) plus le pourcentage net sur le tamis de 710 μm (n° 25) plus le pourcentage net sur le tamis de 500 μm (n° 35).

8.6.1.5.3 Porter le pourcentage cumulé en fonction de l'ouverture de maille des tamis (ou des numéros de tamis) sur du papier en coordonnées log-log (papier gaussien-logarithmique), conformément au diagramme de l'échantillon (voir figure 3). Les numéros de tamis et leurs ouvertures de mailles en micromètres sont indiqués sous la figure. Tracer la droite la mieux adaptée par rapport aux points et relever la granulométrie au point correspondant au pourcentage cumulé de 50 % (d_{50}). Considérer cette valeur comme étant le diamètre moyen des particules.

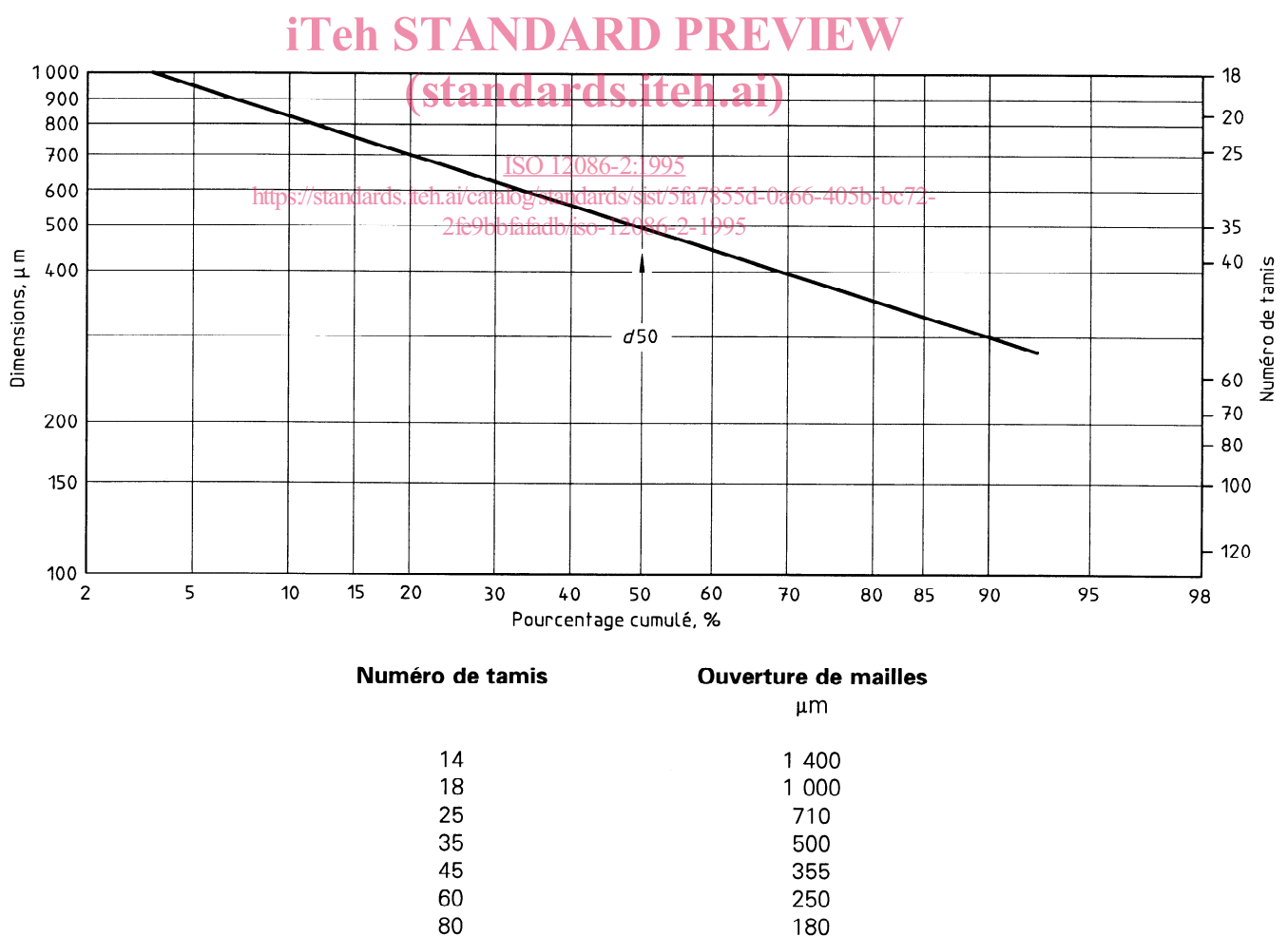


Figure 3 — Diagramme type sur papier log-log pour l'analyse par tamisage