

---

---

**Plastiques — Détermination du volume  
spécifique en fonction de la température  
et de la pression (diagramme  $p$  $v$  $T$ ) —  
Méthode utilisant un appareil à piston**

*Plastics — Determination of specific volume as a function of  
temperature and pressure ( $p$  $v$  $T$  diagram) — Piston apparatus method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17744:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

ISO 17744:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>

© ISO 2004

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

|                                                                                                                                                    |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Avant-propos .....                                                                                                                                 | iv |
| Introduction .....                                                                                                                                 | v  |
| 1 <b>Domaine d'application</b> .....                                                                                                               | 1  |
| 2 <b>Références normatives</b> .....                                                                                                               | 1  |
| 3 <b>Termes et définitions</b> .....                                                                                                               | 2  |
| 4 <b>Principe</b> .....                                                                                                                            | 3  |
| 5 <b>Appareillage</b> .....                                                                                                                        | 4  |
| 6 <b>Équipement d'étalonnage</b> .....                                                                                                             | 7  |
| 7 <b>Échantillon d'essai</b> .....                                                                                                                 | 8  |
| 8 <b>Mode opératoire</b> .....                                                                                                                     | 8  |
| 9 <b>Expression des résultats</b> .....                                                                                                            | 10 |
| 10 <b>Fidélité</b> .....                                                                                                                           | 10 |
| 11 <b>Rapport d'essai</b> .....                                                                                                                    | 10 |
| <b>Annexe A</b> (normative) <b>Sources d'erreurs lorsque le volume spécifique est mesuré en fonction de la température et de la pression</b> ..... | 12 |
| <b>Annexe B</b> (informative) <b>Exemples de diagrammes <math>p_v/T</math></b> .....                                                               | 14 |
| <b>Bibliographie</b> .....                                                                                                                         | 18 |

## 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 17744 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
ISO 17744:2004  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>

## Introduction

La caractérisation des changements de volume des plastiques, en fonction de la température et de la pression, est nécessaire pour les études de simulation et pour optimiser la mise en œuvre des polymères.

Ces données thermophysiques peuvent être utilisées telles quelles ou modélisées sous la forme de lois mathématiques appropriées (voir les références [7] à [12] de la Bibliographie).

Dans le moulage par injection, lors de la phase de remplissage, l'écoulement résulte en majeure partie de la solidification. Durant la solidification, si le plastique est semi-cristallin, le retrait est dû principalement à la cristallisation. Les données  $p$  $v$  $T$  sont utilisées pour modéliser le retrait volumétrique qui se traduit en changements dimensionnels de la pièce moulée.

Il convient de relever que si toutes les techniques décrites ci-après sont équivalentes quant à leur aptitude à caractériser le comportement  $p$  $v$  $T$  à l'état fondu, le mesurage en refroidissement isobare est le seul mesurage à permettre une caractérisation du comportement de surfusion et de la dépendance de la transition par rapport à la pression.

Une liste de références associées à la présente Norme internationale est donnée dans la Bibliographie.

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

[ISO 17744:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>

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

ISO 17744:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>

# Plastiques — Détermination du volume spécifique en fonction de la température et de la pression (diagramme $p$ $v$ $T$ ) — Méthode utilisant un appareil à piston

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les modes opératoires pour déterminer le volume spécifique des plastiques en fonction de la température et de la pression à l'état fondu et à l'état solide.

La norme spécifie l'utilisation d'un appareil à piston dans lequel l'échantillon d'essai, maintenu dans une cellule de mesure, est mis sous pression au moyen du piston. Des mesurages dans des conditions de pression constante ou de température constante peuvent être effectués. Dans le mode à pression constante, les vitesses maximales admissibles de chauffage et de refroidissement sont limitées à 5 °C/min.

NOTE Des vitesses supérieures de chauffage et de refroidissement peuvent être utilisées, mais les données doivent alors être corrigées en fonction des gradients thermiques <sup>[13]</sup>.

Pour l'acquisition des données destinées à l'avancement de la conception, il est recommandé d'utiliser la méthode de refroidissement isobare (voir l'ISO 17282). Le résultat de ce mesurage ne peut pas être utilisé directement pour une simulation du moulage par injection.

En utilisant ces modes opératoires, il est possible d'obtenir:

- des diagrammes  $p$  $v$  $T$  qui représentent les relations entre la pression, le volume spécifique et la température d'un matériau donné;
- le coefficient de compressibilité et le coefficient de dilatation thermique volumétrique;
- la transition de premier ordre et la transition vitreuse en fonction de la température et de la pression.

Bien que les polymères thermoplastiques soient couramment mis à l'essai au moyen de ces modes opératoires jusqu'à la température ambiante, il est souligné qu'à toutes les températures inférieures à  $T_g$  la difficulté d'obtenir un vrai état hydrostatique est une source d'incertitude pour le mesurage du volume spécifique.

## 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 1183 (toutes les parties), *Plastiques — Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires*

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 7500-1, *Matériaux métalliques — Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction/compression — Vérification et étalonnage du système de mesure de force*

ISO 17282, *Plastiques — Lignes directrices pour l'acquisition et la présentation de caractéristiques de conception*

NF T 51-561, *Plastiques — Détermination de la masse volumique en fonction de la température — Méthode par immersion*

### 3 Termes et définitions

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

#### 3.1 volume spécifique

$v$

volume par unité de masse d'un matériau à une température  $T$  et à une pression  $p$  données

NOTE Le volume spécifique est exprimé en  $\text{cm}^3/\text{g}$ .

#### 3.2 masse volumique

$\rho$

masse par unité de volume d'un matériau à une température  $T$  et à une pression  $p$  données

NOTE La masse volumique est exprimée en  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

#### 3.3 temps de préchauffage

intervalle entre la fin de l'opération de remplissage du cylindre à la température d'essai et le début de l'opération de mesurage

#### 3.4 pression de précompression

$p_0$

pression appliquée durant la phase de préchauffage afin d'assurer le tassement de l'échantillon

#### 3.5 temps de rétention

intervalle entre la fin de l'opération de remplissage du cylindre et la fin de l'opération de mesurage

#### 3.6 coefficient de dilatation thermique volumétrique

$\alpha_v$

$$\alpha_v = (1/v \times dv/dT)_p \quad (\text{avec } p \text{ constant})$$

où

$dv/dT$  est déduit de la pente de la tangente à la courbe  $v = f(T)$  prise en un point de la courbe;

$\alpha_v$  peut être fonction de la pression et de la température.

NOTE Le coefficient de dilatation thermique volumétrique est exprimé en  $^{\circ}\text{C}^{-1}$ .



**3.7****coefficient de compressibilité volumique** $\beta_v$ 

$$\beta_v = - (1/v \times dv/dp)_T \quad (\text{avec } T \text{ constant})$$

où

$dv/dp$  est déduit de la pente de la tangente à la courbe  $v = f(p)$  prise en un point de la courbe;

$\beta_v$  peut être fonction de la pression et de la température.

NOTE Le coefficient de compressibilité volumétrique est exprimé en  $\text{Pa}^{-1}$ .

**3.8****mesurage isobare**

mode opératoire où la pression est maintenue constante durant l'essai, la température étant modifiée en continu ou par paliers en chauffant ou en refroidissant selon des modalités prédéterminées

**3.9****mesurage isotherme**

mode opératoire où la température est maintenue constante durant l'essai, la pression étant modifiée en augmentant ou en diminuant sa valeur selon des modalités prédéterminées

**4 Principe**

iTech STANDARD PREVIEW

Le comportement  $p_vT$  d'un matériau plastique décrit le volume spécifique comme une fonction de la température et de la pression. La méthode décrite ici consiste à mesurer, dans des conditions données de température et de pression, le volume d'un échantillon d'essai dont la masse est connue et constante. L'échantillon d'essai est placé dans une cellule de mesure cylindrique qui est fermée à une extrémité par un piston mobile et fermée de manière étanche à l'autre extrémité. L'échantillon d'essai est chauffé ou refroidi dans la cellule et la pression est appliquée par l'intermédiaire du piston. Les changements du volume spécifique sont déterminés à partir du mouvement du piston.

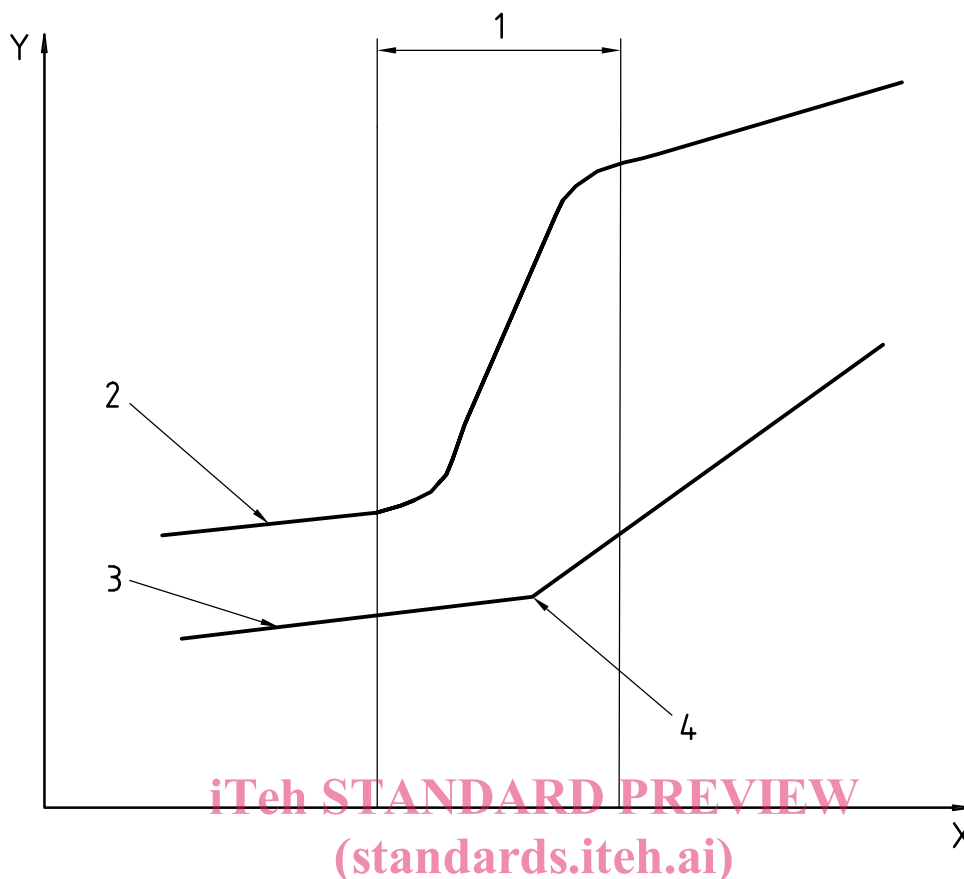
Il y a deux modes opératoires de mesure:

- soit à pression constante (mesurage isobare);
- soit à température constante (mesurage isotherme).

Le choix d'un profil de température croissant ou décroissant pour les essais isobares (ou de pression croissante ou décroissante pour les essais isothermes) peut avoir un effet significatif sur les résultats. Il est important de spécifier le profil approprié croissant ou décroissant ainsi que les vitesses de changement du paramètre.

Lorsque la température, la pression (ou la force appliquée), la masse de l'échantillon, la section transversale de la cellule et la longueur de l'échantillon (dérivée de la position du piston) sont connues, les données  $p_vT$  peuvent être obtenues en termes absolus.

Un schéma des courbes est donné à la Figure 1.



#### Légende

X température (°C)

Y volume spécifique (cm<sup>3</sup>/g)

[ISO 17744:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cc33fc5-3aaf-4144-8ea1-c49d51825a05/iso-17744-2004>

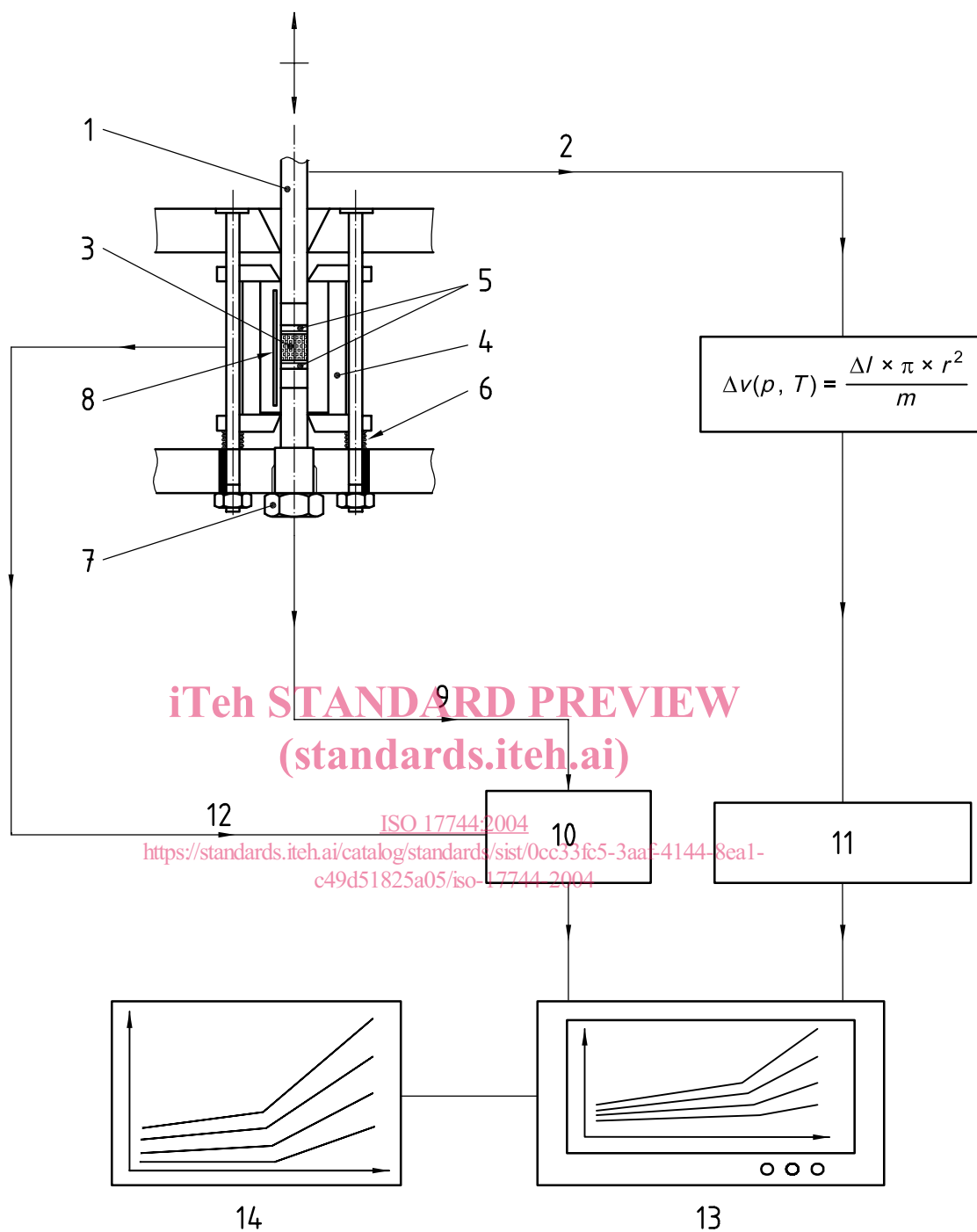
- 1 zone de fusion ou de cristallisation
- 2 polymère semi-cristallin
- 3 polymère amorphe
- 4 température de transition vitreuse

**Figure 1 — Volume spécifique de polymères semi-cristallin et amorphe pour une pression donnée (mode isobare). L'association de plusieurs courbes de ce type obtenues à différentes pressions donne le diagramme  $p-v-T$**

## 5 Appareillage

### 5.1 Généralités

L'appareillage (Figure 2) est composé d'un cylindre (appelé cellule de mesure), dont le fond est fermé, et d'un dispositif de régulation de la température. La pression d'essai est exercée sur l'échantillon contenu dans le cylindre au moyen d'un piston.



### Légende

- |                                       |                                           |
|---------------------------------------|-------------------------------------------|
| 1 piston de rayon connu ( $r$ )       | 8 dispositif de chauffage/refroidissement |
| 2 déplacement du piston ( $l$ )       | 9 pression ( $p$ )                        |
| 3 échantillon d'essai                 | 10 convertisseur AN/NA                    |
| 4 cellule de mesure de diamètre connu | 11 mesurage du déplacement                |
| 5 joints                              | 12 température ( $T$ )                    |
| 6 ressorts (optionnels)               | 13 ordinateur                             |
| 7 fermeture d'extrémité               | 14 imprimante                             |

Figure 2 — Diagramme schématique de l'appareillage type