



Plastiques — Détermination de la température de fragilité au choc

Plastics — Determination of the brittleness temperature by impact

Première édition — 1980-06-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 974:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a819004b-d49a-472f-8a6f-adbaa8365b9b/iso-974-1980>

CDU 678.5/.8 : 620.178.7 : 620.193.94

Réf. n° : ISO 974-1980 (F)

Descripteurs : matière plastique, polymère, polyoléfine, essai au choc, détermination, fragilité, température, matériel d'essai, spécimen d'essai, préparation de spécimen d'essai, pièce coulée.

Prix basé sur 7 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 974 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 974-1969, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Australie	Finlande	Nouvelle-Zélande
Autriche	Grèce	Pays-Bas
Belgique	Hongrie	Roumanie
Canada	Inde	Royaume-Uni
Chili	Irlande	Suède
Colombie	Israël	Tchécoslovaquie
Espagne	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	USA

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne, R. F.
France
Suisse
URSS

Plastiques — Détermination de la température de fragilité au choc

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode de 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 en 3.1. La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale 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 ± 5 °C doit être prise en considération lors de l'établissement des valeurs à utiliser dans les spécifications des produits.

2 Références

ISO 175, *Plastiques — Détermination de l'action des agents chimiques liquides, y compris l'eau.*¹⁾

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

3 Définitions

3.1 température de fragilité : Température à laquelle existe 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 Principe

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

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 175 et de l'ISO/R 462.)

5 Appareillage

5.1 Machine d'essai, consistant 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

1 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.

2 Il existe dans le commerce des appareils, satisfaisant aux conditions spécifiées dans ce paragraphe, 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 en 3.2.

Les dimensions principales de l'appareil doivent être les suivantes :

- a) rayon de l'arête du percuteur : $1,6 \pm 0,1$ mm;
- b) rayon de la mâchoire inférieure du dispositif de serrage : $4,0 \pm 0,1$ mm;
- c) distance entre le point d'impact du percuteur et le dispositif de serrage : $3,6 \pm 0,1$ mm;
- d) 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 ± 20 cm/s, à l'instant du choc et durant au moins les 0,5 cm de course les plus voisins.

5.2 Indicateur de température, utilisé avec un thermocouple ou un thermomètre équivalent capable de couvrir l'intervalle des températures auxquelles l'essai est effectué et permettant de déterminer ces températures avec une justesse de $\pm 0,5$ °C.

Le 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 le thermomètre équivalent), doit être placé le plus près possible des éprouvettes.

5.3 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 $0,5$ °C près.

NOTE — Étant donné que 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/CO₂ solide a été jugé convenable pour la plupart des 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 le plastique, mesurer certaines caractéristiques convenablement choisies de cette dernière, avant et après 15 min d'immersion dans le liquide à la température la plus élevée (voir ISO 175). Ces caractéristiques ne doivent pas varier de façon sensible.

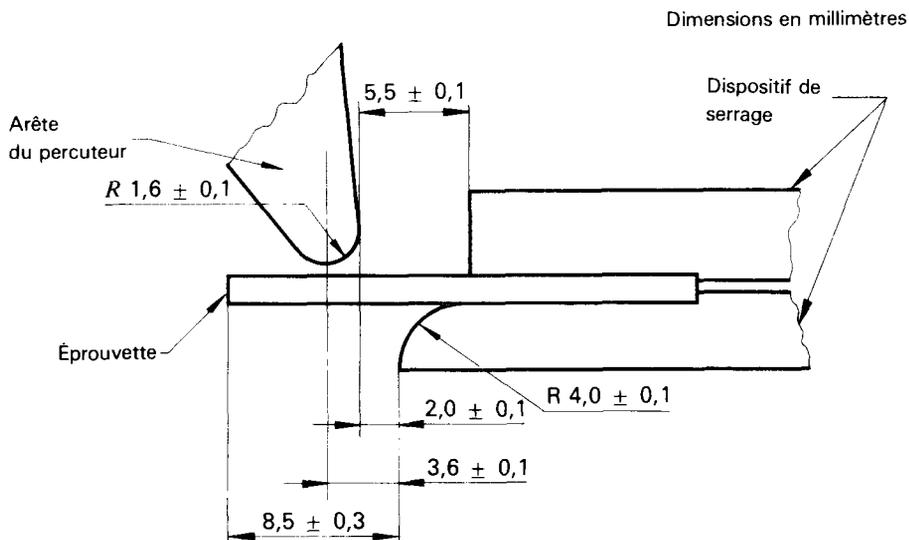


Figure 1 — Dimensions de l'arête du percuteur et du dispositif de serrage (Mise en position d'une éprouvette non entaillée)

Dimensions en millimètres

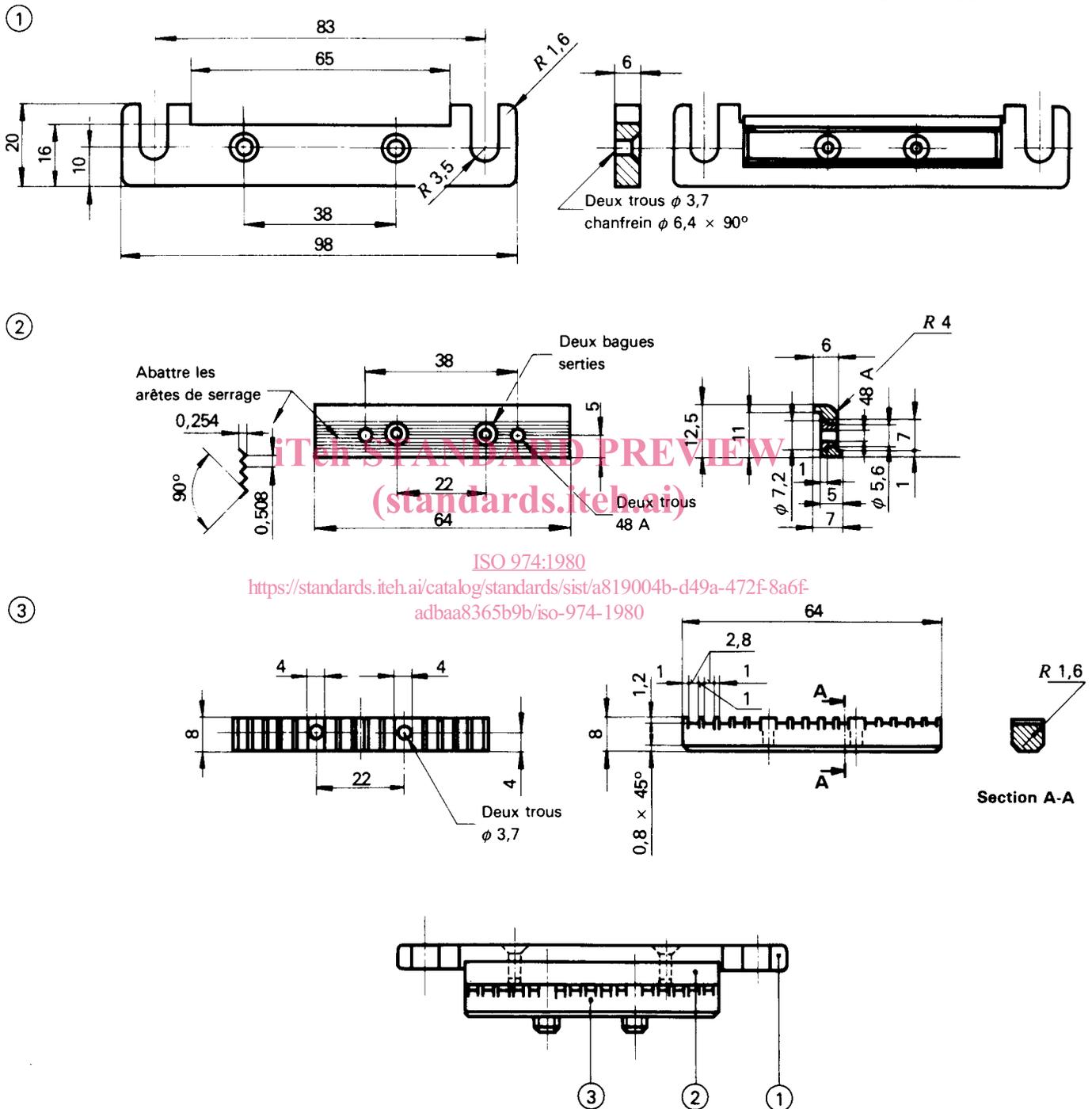


Figure 2 — Détails d'un type de mors satisfaisant aux exigences de 5.1

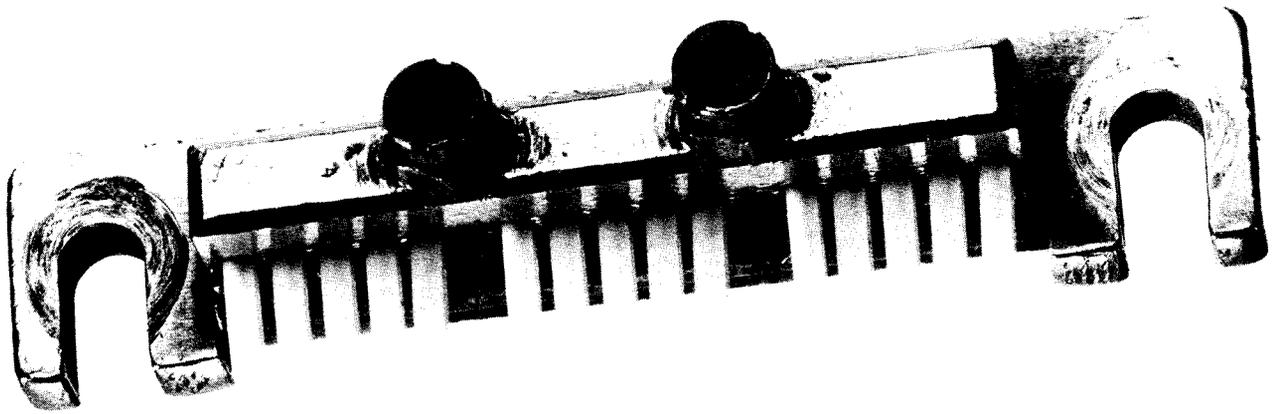


Figure 3 — Éprouvettes fixées dans les mors

6 Éprouvettes

6.1 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 polyoléfines sont décrites en annexe). Plus les bords des éprouvettes seront nets et plus ces dernières seront exemptes d'entailles accidentelles, plus la température de fragilité mesurée sera basse.

Ainsi, 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 devant 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 éprouvette 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 Bestelink, P.N., et Turner, S., dans un article intitulé *Essai de fragilité du polyéthylène à basse température*. Bulletin ASTM n° 231, 68 (1958).

6.2 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.

6.3 Si l'on désire des éprouvettes entaillées, faire une incision nette vers le milieu de l'un des côtés de l'éprouvette de $20 \text{ mm} \times 1,6 \text{ mm}$ 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 (voir note en 6.1).

NOTE — Pour certaines matières, en particulier pour le polyéthylène, il est peut être souhaitable d'utiliser des éprouvettes entaillées, sauf si l'essai est effectué en vue d'estimer les effets du 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 °C à une zone de températures plus accessibles expérimentalement, par exemple au-dessus de -70 °C. [Voir *Étude de la fragilité du polyéthylène à basse température*. Hoff, E.A.W. et Turner, S. Bulletin ASTM n° 225, 58 (1957).]

7 Conditionnement

Les éprouvettes doivent être conditionnées avant l'essai (et après la réalisation de l'entaille, s'il s'agit d'éprouvettes entaillées) suivant l'ISO 291.

8 Mode opératoire

8.1 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).

8.2 Amener les éprouvettes à la température d'essai, ce qui, avec un milieu calorifique liquide, demande environ 3 min et, avec un milieu calorifique gazeux, environ 20 min.

8.3 Mettre en marche la machine d'essai, ce qui a pour effet de plier les éprouvettes autour du mandrin.

8.4 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.

8.5 Effectuer l'essai à au moins quatre températures, choisies dans le domaine des 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 en 9.1).

8.6 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.

9 Expression des résultats

La température t_{50} peut être déterminée par l'une des méthodes suivantes.

9.1 Méthode graphique

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 %.

9.2 Méthode par calcul

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, en degrés Celsius (les signes algébriques appropriés doivent être utilisés);

Δt est la différence constante entre les températures successives auxquelles l'essai a été effectué, en degrés kelvins;

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).

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'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;
- c) la température de fragilité arrondie au degré Celsius le plus voisin;
- d) le type d'éprouvette utilisé (éprouvettes entaillées ou non);
- e) la méthode utilisée pour la préparation des plaques échantillons et des éprouvettes;
- f) le mode de conditionnement utilisé et le temps écoulé depuis le moulage ou le recuit;
- g) la nature du milieu calorifique utilisé.

Annexe

Préparation des plaques échantillons de polyoléfines

A.1 Généralités

La plaque d'essai est moulée par compression en utilisant l'un des trois modes opératoires décrits dans cette annexe, le choix du mode opératoire dépendant de la matière :

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

A.2 Mode opératoire A (recuit au four)

Les plaques nécessaires doivent être façonnées dans un moule simple en trois parties. Il doit consister en un châssis ayant une ouverture en rapport avec les dimensions des plaques d'essai 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 doivent 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 durant plus de 5 min 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 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, fermer la presse pour établir un bon contact entre plateaux, tôles, feuilles et matière et la maintenir dans cette position durant environ 5 min pour fondre la matière. Appliquer ensuite une pression suffisante pour former une plaque lisse, homogène, et maintenir cette pression durant 5 min. 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 fermeture 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 précédemment, 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 l'alinéa précédent.

Placer alors l'assemblage constitué par le châssis, la plaque et les feuilles adhérentes sur une tôle mince, sur un support, dans un four maintenu à une température appropriée (140 à 145 °C pour les plastiques de faible densité, 150 à 155 °C pour les matières de densité moyenne et 155 à 175 °C pour les plastiques polyoléfiniques de forte densité). Il est possible de superposer des assemblages en interposant des plaques d'espaceur entre eux; dans ce cas, vérifier la capacité du four à les amener tous à la température désirée en 1 h au moyen de thermocouples convenablement placés.

Lorsque les assemblages sont empilés dans le four, chauffer à la température désirée, au moins durant 1 h. Laisser refroidir ensuite dans le four à une vitesse constante de 5 °C par heure jusqu'à ce qu'ils aient atteint une température inférieure ou égale à 50 °C, température à laquelle ils peuvent être sortis et refroidis à la température ambiante du laboratoire (20 à 27 °C) sur une pailleuse. Après refroidissement, enlever la feuille et sortir la plaque du châssis. Découper ensuite les éprouvettes désirées à partir de la plaque.

Un refroidissement lent peut fragiliser certains plastiques éthyléniques, les rendant impropres à la plupart des essais, à l'exception de la détermination de la masse volumique.

A.3 Mode opératoire B (refroidissement par trempe)

Préparer les plaques comme dans le mode opératoire A, mais, lorsque l'assemblage a été chauffé durant 1 h dans le four à la température spécifiée, le sortir encore chaud, le placer dans un plateau en fil métallique et le plonger ensuite rapidement dans un bain contenant de l'eau maintenue à une température comprise entre 15 et 20 °C. Effectuer la trempe dans les 30 s qui suivent la sortie de l'assemblage du four, le bac de refroidissement doit se trouver près de celui-ci. Immerger un seul assemblage à la fois dans le bac à moins qu'il n'ait été établi que les résultats de l'essai ne sont pas affectés par la présence de plusieurs assemblages.

Après une immersion d'au moins 15 min, sortir du bac l'assemblage refroidi, enlever la feuille et démouler la plaque.

Découper ensuite les éprouvettes à partir des plaques. Les matières plastiques polyoléfiniques trempées de cette façon peuvent être instables, elles doivent être soumises à l'essai seulement après une période de conditionnement normalisée à la température ambiante. Dix-huit heures sont recommandées.

A.4 Mode opératoire C (refroidissement sous presse)

À l'exception de ce qui est modifié par les instructions suivantes, mouler la plaque avec l'appareillage décrit et selon les directives données dans le mode opératoire A.

Dans la préparation de l'assemblage, employer de la cellophane non enduite ou un film polyester à la place de la feuille d'aluminium si cela convient et si on le préfère. Avant l'introduction du moule assemblé dans la presse, faire chauffer les plateaux à une température convenant à la matière plastique traitée (180 °C pour le polyéthylène haute densité ou 160 °C pour les polyéthylènes

basse et moyenne densité, par exemple). Mouler ensuite la plaque selon les instructions du mode opératoire A. Après formation de la plaque sous l'action de la chaleur et de la pression durant 5 min, mettre l'eau de refroidissement en circulation à travers les plateaux pour les refroidir, eux et l'assemblage constituant le moule, à une vitesse de 16 ± 2 °C par minute. Mesurer la vitesse de refroidissement soit de façon continue, soit à des intervalles n'excédant pas 30 s au moyen de thermocouples ou de thermomètres insérés dans les plateaux. Si l'on utilise un thermomètre, son réservoir doit être enveloppé avec une laine métallique pour en assurer un bon contact. Enregistrer les températures mesurées en fonction du temps. Donner la pente de la meilleure droite tracée à travers les points relevés comme la vitesse de refroidissement. Contrôler la vitesse de refroidissement à l'intérieur des limites spécifiées en réglant le débit d'eau à travers les plateaux.

Lorsque les plateaux sont refroidis à une température inférieure à 40 °C, sortir l'ensemble du moule de la presse; puis, si nécessaire, le laisser refroidir sur la paillasse jusqu'à la température ambiante du laboratoire (20 à 27 °C). Enlever ensuite les tôles de fermeture et dépouiller la plaque de la feuille adhérente ou du film. Démouler la plaque et y découper les éprouvettes nécessaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 974:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a819004b-d49a-472f-8a6f-adbaa8365b9b/iso-974-1980>