NORME INTERNATIONALE

ISO 1873-2

Première édition 1989-11-01

Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène —

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination des caractéristiques

Plastics — Polypropylene (PP) and propylene-copolymer thermoplastics — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties



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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1873-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

L'ISO 1873 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène :

- Partie 1: Désignation
- Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des caractéristiques

Droits de reproduction réservés. 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

Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène —

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination des caractéristiques

1 Domaine d'application

- 1.1 La présente partie de l'ISO 1873 prescrit les conditions de moulage d'éprouvettes de matériaux polypropylène dans un état défini, ainsi que les méthodes pour le mesurage de leurs caractéristiques 1).
- 1.2 Elle n'indique pas de valeurs pour ces caractéristiques. Celles qui sont retenues pour la désignation des polypropylènes pour moulage et extrusion sont indiquées dans l'ISO 1873-1. Les autres caractéristiques appropriées indiquées dans la présente partie de l'ISO 1873, et leurs valeurs peuvent être obtenues en se reportant aux notices des fabricants. Les valeurs sont comparables les unes aux autres lorsque les éprouvettes sont moulées et les caractéristiques déterminées suivant les règles décrites ci-après.
- 1.3 Les valeurs déterminées conformément à la présente partie de l'ISO 1873 ne seront pas nécessairement identiques à celles qui sont obtenues en utilisant des éprouvettes de dimensions différentes et/ou préparées selon des modes opératoires différents. Elles peuvent également être influencées par les colorants et d'autres additifs. Les valeurs obtenues pour les caractéristiques d'un objet moulé dépendent, entre autres, de la matière à mouler, de la forme de l'objet, de la méthode d'essai et de l'état d'anisotropie. Ce dernier est fonction du canal d'alimentation et des conditions de moulage, par exemple de la température, de la pression ou de la vitesse d'injection. On doit également tenir compte de tout traitement, par exemple du conditionnement ou du recuit.
- **1.4** L'histoire thermique et les tensions internes de l'éprouvette peuvent influencer fortement ses propriétés thermomécaniques et sa résistance à la fissuration sous contrainte dans un environnement donné. Les propriétés électriques sont moins fortement influencées; elles dépendent surtout de la composition chimique de la matière à mouler.

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 1873. 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 1873 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 62 : 1980, Plastiques — Détermination de l'absorption d'eau.

ISO 75 : 1987, Plastiques et ébonite — Détermination de la température de fléchissement sous charge.

ISO 175 : 1981, Plastiques — Détermination de l'action des agents chimiques liquides, y compris l'eau.

ISO 178 : 1975, Matières plastiques — Détermination des caratéristiques de flexion des matières plastiques rigides.

ISO 179 : 1982, Plastiques — Détermination de la résistance au choc Charpy des matières rigides.

ISO 180 : 1982, Plastiques — Détermination de la résistance au choc Izod des matières rigides.

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

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

ISO 294 : 1975, Matières plastiques — Moulage par injection des éprouvettes en matières thermoplastiques.

ISO 306 : 1987, Plastiques — Matières thermoplastiques — Détermination de la température de ramollissement Vicat.

¹⁾ Les méthodes et températures recommandées seront obligatoires après la prochaine révision de cinq ans.

ISO/R 527 : 1966, Matières plastiques — Détermination des caractéristiques en traction.

ISO 537 : 1980, Plastiques — Essai au pendule de torsion.

ISO 868 : 1985, Plastiques et ébonite — Détermination de la dureté par pénétration au moyen d'un duromètre (dureté Shore).

ISO 899 : 1981, Plastiques — Détermination du fluage en trac-

ISO 974 : 1980, Plastiques — Détermination de la température de fragilité au choc.

ISO 1133 : 1981, Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques.

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

ISO 1628-3 : — 1), Plastiques — Détermination de l'indice de viscosité et de l'indice limite de viscosité — Partie 3 : Polyéthy-lènes et polypropylènes.

ISO 1873-1 : 1986, Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène — Partie 1 : Désignation.

ISO 2039-1 : 1987, Plastiques — Détermination de la dureté — Partie 1 : Méthode de pénétration à la bille.

ISO 2039-2 : 1987, Plastiques — Détermination de la dureté — Partie 2 : Dureté Rockwell.

ISO 2556: 1974, Matières plastiques — Détermination du coefficient de transmission d'un gaz par les feuilles et plaques minces, sous pression atmosphérique — Méthode manométrique.

ISO 2818 : 1980, Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.

ISO 4577 : 1983, Plastiques — Polypropylène et copolymères de propylène — Détermination de la stabilité à l'oxydation à chaud dans l'air — Méthode à l'étuve.

ISO 4582 : 1980, Plastiques — Détermination des changements de coloration et des variations de propriétés après exposition à la lumière naturelle sous verre, aux agents atmosphériques ou à la lumière artificielle.

ISO 4607 : 1978, Plastiques — Méthodes d'exposition aux intempéries.

ISO 4892 : 1981, Plastiques — Méthodes d'exposition à des sources lumineuses en laboratoire.

ISO 6602 : 1985, Plastiques — Déàtermination du fluage en flexion par sollicitation en trois points.

ISO 9113 : 1986, Plastiques — Thermoplastiques à base de polypropylène (PP) et de copolymères de propylène — Détermination de l'indice d'isotacticité.

CEI 93 : 1980, Méthodes recommandées pour la mesure des résistivités transversales et superficielles d'un matériau isolant électrique.

CEI 112 : 1979, Méthode recommandée pour déterminer l'indice de résistance au cheminement des matériaux isolants solides dans des conditions humides.

CEI 243 : 1967, Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides 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).

3 Préparation des éprouvettes

Deux méthodes de préparation des éprouvettes sont décrites: le moulage par compression (méthode 1) et le moulage par injection (méthode 2).

En cas de litige ou de désaccord, la méthode 1 doit être appliquée aux produits en polypropylène non chargés et la méthode 2 doit être appliquée aux produits chargés.

3.1 Méthode 1: Moulage par compression

On peut préparer les éprouvettes par matriçage ou par usinage, à partir de la feuille moulée par compression (voir ISO 2818). L'ISO 293 donne les détails complets sur le moulage par compression de feuille, mais les points suivants s'appliquent au polypropylène.

Moule: Un moule simple à trois plateaux comme décrit dans l'ISO 293 est satisfaisant pour produire des petites feuilles d'où les éprouvettes peuvent être coupées.

Préséchage: Aucun séchage n'est normalement requis.

Température de moulage : 210 °C \pm 5 K est recommandée. D'autres températures, généralement comprises entre 180 °C et 230 °C, peuvent être utilisées compte tenu de la nature du polymère; elles doivent être mentionnées dans le rapport d'essai.

Vitesse moyenne de refroidissement:

Méthode B — Vitesse normale recommandée : 15 $\text{K} \cdot \text{min}^{-1} \pm 5 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$

Méthode C — Grande vitesse de refroidissement : 60 K·min $^{-1} \pm 30$ K·min $^{-1}$

La méthode B est recommandée, mais si l'on applique une vitesse différente compte tenu des exigences de l'utilisateur, on doit la mentionner dans le rapport d'essai.

Mode opératoire de moulage: Le temps de pression au contact doit être compris entre 5 min et 10 min et le temps total de pression entre 2 min et 5 min. La température de démoulage doit être inférieure ou égale à 40 °C.

À publier.

3.2 Méthode 2: Moulage par injection

Les propriétés des éprouvettes obtenues en moulage par injection dépendent fortement du matériel utilisé et des conditions de moulage. À l'heure actuelle et compte tenu du très grand nombre de combinaisons possibles, on doit recourir à une approche globale.

Appareillage (voir aussi ISO 294): On doit utiliser une machine à mouler par injection, équipée d'une vis. Le moule doit comporter une seule empreinte, sauf s'il est démontré que l'emploi d'un moule à empreintes multiples donne des éprouvettes ayant des propriétés équivalentes à celles qu'un moule à empreinte unique permet d'obtenir.

Le diamètre de l'entrée doit être au moins égal à l'épaisseur de l'éprouvette. Le rapport du volume plastifié au volume d'injection ne doit ni être supérieur à 10:1, ni inférieur à 2:1.

Mode opératoire de moulage: On doit observer les conditions de moulage suivantes:

Température du moule : 60 °C \pm 3 K. On doit procéder à des mesurages de la température à l'aide d'un pyromètre en saillie ou un appareil équivalent, après que les conditions de stabilisation auront été établies.

Température de fusion :

225 °C \pm 5 K pour un MFR > 1 g/10 min

255 °C \pm 5 K pour un MFR \leq 1 g/10 min

La température de fusion est définie comme étant la température d'une charge à l'air libre mesurée à l'aide d'un pyromètre à aiguille. Les éprouvettes réalisées doivent être exemptes de cavités, de coups de feu, de lignes de coulée et/ou de turbulence et présenter un aspect satisfaisant.

Si d'autres températures s'avèrent nécessaires compte tenu de la nature du polymère, elles doivent être mentionnées dans le rapport d'essai ainsi que les raisons qui ont motivé leur emploi.

Réglages de la machine: Des valeurs types sont indiquées ci-dessous mais il convient de se reporter à l'ISO 294.

Pression d'injection: Elle doit être telle qu'elle ne provoque ni bavure, ni flache, ni poche dans les éprouvettes

Vitesse moyenne d'injection: 10 cm/s ± 2 cm/s

Temps de pénétration de la vis: 20 s min.

Temps d'ouverture du moule: 5 s

Temps de refroidissement: 50 s min.

Durée d'un cycle complet: 60 s min.

Les polypropylènes sensibles à la chaleur peuvent subir une rupture moléculaire au cours du moulage; donc une augmentation de la température de fusion appliquée ne devrait pas accroître l'indice de fluidité à chaud (MFR) de plus de 1,5 fois la valeur initiale. Si le MFR augmente de plus de 1,5 fois par rapport à la valeur initiale, il faut abaisser la température de fusion de 10 °C en une fois jusqu'à ce que l'accroissement du MFR soit ≤ 1,5 fois la valeur initiale. On doit mentionner cette intervention dans le rapport d'essai. L'uniformité des objets moulés doit être confirmée par pesée. Leurs masses ne doivent pas s'écarter de plus de 1 % l'une de l'autre.

4 Détermination des caractéristiques

Les éprouvettes doivent être conditionnées à une température de 23 °C \pm 2 K durant au moins 7 jours avant l'essai conformément à l'ISO 291, sauf indication contraire dans la norme applicable. Les parties intéressées peuvent convenir d'une période plus courte, comprise entre 16 h et 24 h mais, en cas de litige, on doit s'en remettre à la période de 7 jours.

Pour la détermination des caractéristiques, les éprouvettes et les méthodes d'essai indiquées dans le tableau 1 doivent être utilisées.

5 Rapport d'essai

Lorsqu'on détermine les caractéristiques en utilisant des éprouvettes préparées conformément à l'ISO 293 ou l'ISO 294 et à la présente partie de l'ISO 1873, les informations supplémentaires suivantes doivent être rapportées:

Éprouvettes moulées par compression (informations s'ajoutant à cellles exigées dans l'ISO 293):

- a) aspect du matériau (poudre, granules, pastilles, éprouvette coupée dans un objet moulé);
- b) température de moulage;
- c) vitesse moyenne de refroisissement;
- d) détails non normalisés des conditions d'essai, le cas échéant.

Éprouvettes moulées par injection (informations s'ajoutant à celles exigées dans l'ISO 294):

- a) aspect du matériau (poudre, granules, pastilles, éprouvette coupée dans un objet moulé);
- b) température de fusion;
- c) température du moule;
- d) réglages de la machine, s'ils diffèrent notablement de ceux indiqués dans la présente partie de l'ISO 1873.

Tableau 1 - Méthodes et conditions d'essai $^{1)}$

Caractéristique	Unité	Méthode d'essai	Dimensions de l'éprouvette mm		
			Méthode 1: Moulage par compression	Méthode 2: Moulage par injection	Observations
Caractéristiques mécaniques					
Contrainte de traction au seuil d'écoulement ²⁾	MPa]))	Vitesse C (50 mm/min ± 5 mm/min)
Contrainte de traction à la rupture ²⁾	MPa				Vitesse C (50 mm/min \pm 5 mm/min)
Allongement par traction au seuil d'écoulement ²⁾	%	 SO/R 527	Type 2 (épaisseur 2)	Type 1 (épaisseur 4)	Vitesse C (50 mm/min ± 5 mm/min)
Allongement par traction à la rupture ²⁾	%				Vitesse C (50 mm/min ± 5 mm/min)
Module d'élasticité en traction ³⁾	MPa	J	J	J	Vitesse A (1 mm/min ±0,5 mm/min)
Module de flexion sous déformation de 1 %	MPa	ISO 178	80 × 10 × 4	80 × 10 × 4	Vitesse d'essai : 2 mm/min \pm 0,5 mm/min
Module de cisaillement et facteur de perte mécanique	MPa	ISO 537	60 × 10 × 1	60 × 10 × 1	Méthode A seulement
Module de fluage en traction ³⁾	MPa	ISO 899	Type 2 de l'ISO/R 527 (épaisseur 2)	Type 1 de l'ISO/R 527 (épaisseur 4)	,
Module de fluage en flexion ³⁾	MPa	ISO 6602	80 × 10 × 4	80 × 10 × 4	
Résistance au choc Izod ⁴⁾ par rapport à la température	kJ/m²	ISO 180	80 × 10 × 4	80 × 10 × 4	Méthode ISO 180/1A
Résistance au choc Charpy ⁵⁾ par rapport à la température	kJ/m²	ISO 179	80 × 10 × 4	80 × 10 × 4	Méthode ISO 179/1A
Dureté à la bille	N/mm ²	ISO 2039-1	l) <u>.</u> .)	
Dureté Rockwell		ISO 2039-2	Epaisseur minimale 4	Epaisseur minimale 4	
Dureté Shore A ou D		ISO 868	J]	
Caractéristiques thermiques					
Température de fléchissement sous charge ⁶⁾	°C	ISO 75	110 × 10 × 4	110 × 10 × 4	Méthode A ou B
Température de ramollissement Vicat	°C	-ISO 306	$25 \times 25 \times 4$	20 × 10 × 4	Méthode A (50 K/h)
Température de fragilité	°C	ISO 974	20 × 2,5 × 1,6		
Caractéristiques électriques					
Résistivité superficielle	Ω	CEI 93			Tension de mesure: 500 V
Résistivité transversale Rigidité diélectrique	Ω·cm kV/mm	CEI 93 CEI 243			
Permittivité relative	KV/IIIII	CEI 250	ı		c.a., 1 MHz
Facteur de pertes diélectriques, tan δ		CEI 250			c.a., 1 MHz
Indice de résistance au cheminement		CEI 112			c.a., 50 Hz
Caractéristiques de vieillissement					
Exposition aux intempéries		{ ISO 4607 ISO 4582			
Exposition à la lumière artificielle		{ ISO 4892 ISO 4582			
Vieillissement en étuve		ISO 4577			
Caractéristiques des matériaux bruts					
Indice de viscosité, I.V.	ml/g	ISO 1628-3	Cromulés /		
Indice de fluidité à chaud, MFR	g/10 min	ISO 1133	Granulés/ ou poudre		Voir aussi ISO 1873-1
Indice isotactique, II	<u></u> %	ISO 9113	U		Voir aussi ISO 1873-1

Tableau 1 - Méthodes et conditions d'essai¹⁾ (fin)

Caractéristique	Unité	Méthode d'essai	Dimensions de l'éprouvette mm		
			Méthode 1: Moulage par compression	Méthode 2: Moulage par injection	Observations
Caractéristiques diverses					
Masse volumique des pièces moulées Absorption d'eau Perméabilité aux gaz Effet des produits chimiques liquides	g/cm ³ mg cm ³ /(m ² ·d·atm)	ISO 1183 ISO 62 ISO 2556 ISO 175	Morceaux de l'éprouvette de l'ISO/R 527		

- 1) Des éprouvettes et des conditions recommandées sont données, mais quelques alternatives sont indiquées dans ces notes. Il est envisagé de rendre les conditions recommandées obligatoires lors de la prochaine révision.
- 2) La vitesse C est recommandée. D'autre vitesses, par exemple 100 mm/min, peuvent être utilisées, mais cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.
- 3) Une courbe faisant apparaître le module par rapport au temps, aux températures et aux contraintes prescrites, est recommandée.
- 4) L'éprouvette Izod 1A est recommandée. Un autre choix possible est l'éprouvette 4A, mais son utilisation doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

L'éprouvette Charpy 1A est recommandée, en observant une distance de 60 mm entre les supports. Les éprouvettes 1C et 2C sont utilisables acondition de le mentionner dans le rapport d'essai.

6) Une éprouvette de 110 mm × 10 mm × 4 mm est recommandée. L'utilisation d'une éprouvette de 110 mm × 12,7 mm × 4 mm est possible, mais doit être mentionnée dans le rapport d'essai.