

NORME INTERNATIONALE

ISO
1874-2

Première édition
1987-12-15



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Plastiques — Homopolymères polyamides (PA) pour moulage et extrusion —

Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des caractéristiques

Plastics — Polyamide (PA) homopolymers for moulding and extrusion —

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 normalement 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.

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 1874-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Conjointement avec l'ISO 1874-1 : 1985, elles annulent et remplacent la Recommandation ISO/R 1874 : 1971, dont les deux parties de l'ISO 1874 constituent une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Plastiques — Homopolymères polyamides (PA) pour moulage et extrusion —

Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des caractéristiques

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1874 spécifie des méthodes pour la préparation des éprouvettes et la détermination des propriétés caractéristiques des matériaux polyamides, incluant les propriétés utilisées aux fins de désignation comme indiqué dans l'ISO 1874-1.

Des conditions d'essai fixées sont essentielles pour permettre la comparaison directe des résultats. En conséquence, dans les spécifications et agréments entre parties intéressées, la référence aux méthodes spécifiées dans la présente partie de l'ISO 1874 devrait être faite.

Les propriétés des articles produits à partir de matériaux polyamides sont gouvernées par la nature de la composition de moulage, la conception et l'alimentation du moule et l'état résultant de la transformation et des conditions de post-traitement. En conséquence, les résultats des essais effectués selon les méthodes spécifiées dans la présente partie de l'ISO 1874 sont seulement valables pour les éprouvettes spécifiées et pas pour des articles d'autres formes ou pour des éprouvettes d'autres dimensions et/ou qui sont produites dans d'autres conditions.

2 Références

ISO 75, *Matières plastiques et ébonite — Détermination de la température de fléchissement sous charge.*

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

ISO 178, *Matières plastiques — Détermination des caractéristiques de flexion des matières plastiques rigides.*

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

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

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

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

ISO 307, *Plastiques — Polyamides — Détermination de l'indice de viscosité.*

ISO 527, *Plastiques — Détermination des caractéristiques en traction.¹⁾*

ISO 537, *Plastiques — Essai au pendule de torsion.*

ISO 599, *Plastiques — Homopolymères polyamides — Détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant.*

ISO 899, *Plastiques — Déterminations du fluage en traction.*

ISO 960, *Plastiques — Polyamides — Détermination de la teneur en eau.¹⁾*

ISO 1110, *Plastiques — Polyamides — Conditionnement accéléré des éprouvettes.¹⁾*

ISO 1183, *Plastiques — Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques à l'exclusion des plastiques alvéolaires.*

ISO 1874-1, *Plastiques — Homopolymères polyamides (PA) pour moulage et extrusion — Partie 1: Désignation.*

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

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

1) Actuellement au stade de projet.

ISO 3146, *Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de température de fusion) des polymères semi-cristallins.*

ISO 3451-4, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 4: Polyamides.*

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

Publication CEI 112, *Méthode pour déterminer les indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides dans des conditions humides.*

Publication CEI 243, *Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides aux fréquences industrielles.*

Publication CEI 250, *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

Les éprouvettes doivent être préparées par moulage par injection, en observant les instructions générales données dans l'ISO 294 et les instructions spécifiques et recommandations données en 3.1 à 3.4.

3.1 Traitement de la matière à mouler

Les éprouvettes doivent être préparées à partir de granulés ne contenant pas plus de 0,2 % d'humidité dans le cas où la matière à mouler a un indice de viscosité inférieur ou égal à 200, et pas plus de 0,1 % d'humidité dans le cas où la matière à mouler a un indice de viscosité supérieur à 200.

Pour cette raison, les granulés doivent être tenus en récipient étanche à l'humidité jusqu'à ce qu'ils soient utilisés. Avant qu'ils soient transformés, ils doivent avoir atteint la température ambiante.

La teneur en eau des matériaux chargés et renforcés doit toujours se référer à la matrice.

Si la teneur en humidité des granulés dépasse la limite appropriée indiquée ci-dessus, le matériau doit être séché à une température de 80 à 100 °C, avant que les éprouvettes ne soient produites, soit sous vide soit sous courant d'azote sec, jusqu'à ce que la teneur en humidité ne dépasse plus la limite prescrite.

3.2 Machine pour moulage par injection

Des éprouvettes avec des propriétés comparables peuvent être produites sur des machines de moulage par injection commerciales en utilisant les vis qui sont convenables pour la transformation des polyamides. Des buses à obturateur doivent être utilisées, ou des buses ouvertes sur les machines équipées de décompression de matière fondue.

L'exemple suivant indique quelques spécifications pour une machine à injecteur typique convenant pour la production des éprouvettes.

Force de fermeture	350 kN
Diamètre de vis <i>D</i>	environ 30 mm
Longueur de vis	environ 18 <i>D</i>
Profondeur des filets	5,5 à 3,0 mm
Rapport du volume plastifié au volume injecté (voir ISO 294)	inférieur ou égal à 6:1

Le temps de séjour ne doit pas dépasser 15 min.

Dans le but d'éviter l'absorption d'humidité, la trémie d'alimentation devrait être fermée par des moyens appropriés et le contact entre les granulés et l'air devrait être inférieur à 30 min.

3.3 Températures de transformation

Chaque fois c'est possible, la température de matière fondue (voir ISO 294) doit être choisie parmi celles recommandées dans le tableau 1.

Tableau 1

Polymère	Indice de viscosité ¹⁾ ml/g	Teneur en verre %	Température de matière fondue °C
PA 6	130 à 160	0	250
	200 à 240	0	270
	130 à 160	< 30	280 ²⁾
	130 à 160	30 à 50	290
PA 66	130 à 160	0	280
	160 à 200	0	290
	130 à 160	10 à 50	290
PA 69, PA 610	130 à 160	0	270
PA 612	160 à 200	0	270
PA 11, PA 12	110 à 150	0	210
	150 à 200	0	230
	200 à 240	0	250
	110 à 130	30 à 50	230
	130 à 240	10 à 20	250
	130 à 240	> 20 à 50	260
PA MXD 6	110 à 130	0	250
	130 à 160	0	260
	110 à 130	20 à 60	270
	130 à 160	20 à 60	280

1) Excepté pour PA 11 et PA 12, les valeurs indiquées se rapportent à des mesures dans l'acide sulfurique à 96 %. Les valeurs obtenues dans d'autres solvants peuvent être converties en valeurs appropriées dans l'acide sulfurique à 96 % en utilisant les formules ou graphiques de l'ISO 307.

2) Cette température est également applicable au PA 6 avec charges minérales.

La température de la cavité du moule doit être maintenue à 80 ± 3 °C excepté pour le PA MXD 6 renforcé par des fibres de verre pour lequel elle doit être de 130 ± 10 °C.

La température de matière fondue et la température du moule doivent demeurer constantes afin d'assurer l'obtention d'éprouvettes de propriétés reproductibles.

3.4 Conditions de transformation

La fixation précise et reproductible des paramètres de transformation est essentielle pour obtenir des éprouvettes de propriétés comparables. L'exemple suivant indique des conditions de transformation convenables pour une éprouvette et sa carotte ayant un volume approximative de 15 cm³.

Température de matière fondue	voir 3.3
Temps d'injection	< 1,0 s
Temps de maintien en pression	environ 15 s
Temps de cycle total	environ 30 s
Pression d'injection maximale	80 MPa
Pression de maintien	80 MPa
Vitesse moyenne d'injection (sur section de 10 mm × 4 mm)	> 400 mm/s

Si le volume d'injection est différent, les conditions d'injection doivent être modifiées en conséquence.

La pression de maintien doit être maintenue jusqu'à ce que l'alimentation en matériau fondu soit figée.

L'application d'une certaine contrepression (5 à 10 MPa) est recommandée afin d'obtenir une matière fondue homogène et exempte de bulles.

L'uniformité des éprouvettes doit être vérifiée par pesée. La variation de masse ne doit pas dépasser 0,5 %. Les éprouvettes doivent avoir des surfaces lisses et doivent être exemptes de rayures, de retassures et de vides. Il ne doit pas y avoir d'irrégularités visibles à l'œil nu ou au microscope. Il est recommandé qu'une coupe au microtome (d'environ 10 µm d'épaisseur) soit prélevée dans la section centrale entière perpendiculairement à l'axe et examinée au microscope à lumière polarisée.

4 Conditionnement des éprouvettes

Les propriétés doivent être déterminées sur des éprouvettes à l'état sec de moulage et/ou à l'état humide, selon les exigences. La condition utilisée doit être rapportée.

4.1 État sec de moulage

Les éprouvettes sont considérées être à l'état sec de moulage lorsqu'elles ont été stockées dans un récipient étanche à l'humidité durant 2 ± 1 jours à 23 ± 2 °C après moulage et que leur teneur en humidité ne dépasse pas 0,2 % (m/m).

Le séchage des éprouvettes dont la teneur en humidité dépasse 0,2 % (m/m) n'est pas autorisé. Les éprouvettes doivent être moulées à partir de granulés secs (voir 3.1). Sauf spécification contraire dans la Norme internationale appropriée, les éprouvettes à l'état sec de moulage doivent être soumises à l'essai à 23 ± 2 °C. Les éprouvettes doivent être soumises à l'essai dans un temps aussi court que possible (maximum 30 min) après qu'elles auront été retirées du récipient étanche à l'humidité, afin de maintenir un faible niveau d'absorption d'humidité.

4.2 État humide

Les éprouvettes sont considérées être à l'état humide quand elles ont été conditionnées à 23 ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative jusqu'à ce que l'équilibre ait été atteint (voir l'annexe de l'ISO 291).

Les éprouvettes conditionnées par la méthode de conditionnement accéléré des polyamides spécifiée dans l'ISO 1110 sont également considérées être à l'état humide.

La méthode de conditionnement doit être indiquée avec les résultats d'essai parce que les effets de la méthode de conditionnement sur l'état des éprouvettes ne peuvent pas être exclus.

Sauf spécification contraire dans la Norme internationale appropriée, les éprouvettes à l'état humide doivent être soumises à l'essai dans l'atmosphère normale 23/50 conformément à l'ISO 291.

5 Détermination des caractéristiques

Une liste des méthodes d'essai appropriées aux matériaux polyamides est donnée dans le tableau 2.

Tableau 2

Observations
~~Conditions particulières d'essai~~

Caractéristique	Unité	Méthode	Dimensions de l'éprouvette mm	Conditions particulières d'essai
Caractéristiques mécaniques				
Module de cisaillement	MPa	ISO 537	60 × 10 × 1 ¹⁾	} - 70 °C à la température de ramollissement Vitesse d'essai: 1 mm/min ± 50 %
Décrément logarithmique des oscillations		ISO 537	60 × 10 × 1 ¹⁾	
Module d'élasticité en traction	MPa	ISO 527	Type 2 150 × 10 × 4	
Caractéristiques de traction:				
a) Contrainte au seuil d'écoulement	MPa	} ISO 527	Type 2 150 × 10 × 4	Vitesse d'essai: a) et b) 50 mm/min ± 10 % c) 5 mm/min ± 20 % Les valeurs de b) doivent être données seulement si les valeurs de a) ne peuvent pas être déterminées. Les valeurs de c) doivent être données seulement si les valeurs de a) et b) ne peuvent pas être déterminées. Les allongements supérieurs à 50 % peuvent être présentés comme « supérieurs à 50 % ».
Allongement au seuil d'écoulement	%			
Allongement à la rupture	%			
b) Contrainte au seuil conventionnel d'écoulement de 1 %	MPa			
Allongement au seuil conventionnel d'écoulement de 1 %	%			
Allongement à la rupture	%			
c) Résistance à la traction	MPa			
Allongement pour la force maximale	%			
Contrainte de flexion pour la flèche conventionnelle ²⁾	MPa	ISO 178	80 × 10 × 4	Vitesse d'essai: 2 mm/min
Résistance au choc				
- Charpy entaillé ²⁾	kJ · m ⁻²	ISO 179	80 × 10 × 4	1A } Distance entre appuis: 40 mm 1D } 1A }
- Charpy non entaillé ²⁾	kJ · m ⁻²	ISO 179	80 × 10 × 4	
- Izod	kJ · m ⁻²	ISO 180	80 × 10 × 4	
Module de fluage	MPa	ISO 899	150 × 10 × 4	À 1 000 h. La contrainte doit être choisie de façon que l'allongement à 1 000 h ne dépasse pas 0,5 %.
Dureté Rockwell		ISO 2039-2		
Dureté par pénétration à la bille		ISO 2039-1	> 4	
Caractéristiques thermiques				
Température de fléchissement sous charge	°C	ISO 75	110 × 10 × 4	Méthodes A et B
Température de fusion	°C	ISO 3146	—	Méthode ATD ou DSC
Caractéristiques électriques				
Résistivité superficielle	Ω	Publication CEI 93	100 × 100 × 1,5 ³⁾ (min.)	Tension de mesure: 1 000 V Liquide isolant 50 Hz et 1 MHz
Résistivité transversale	Ω · cm	Publication CEI 93	100 × 100 × 1,5 ³⁾	
Rigidité diélectrique	kV/mm	Publication CEI 243	100 × 100 × 1,0	
Permittivité relative		Publication CEI 250	100 × 100 × 1,5 ³⁾ (min.)	
Facteur de pertes, tan δ		Publication CEI 250	100 × 100 × 1,5 ³⁾ (min.)	
Indice de résistance au cheminement		Publication CEI 112	50 × 50 × 3 ⁴⁾ (min.)	50 à 60 Hz. Solution A
Caractéristiques diverses				
Action des agents chimiques liquides		ISO 175	Disque φ 50 × 3	Durée d'immersion: 7 jours
Teneur en humidité	%	ISO 960		
Taux de cendres	%	ISO 3451-4		
Indice de viscosité	ml/g	ISO 307		
Masse volumique	g/cm ³	ISO 1183		
Matières extractibles	%	ISO 599		

- 1) D'autres dimensions peuvent être utilisées pourvu qu'elles assurent un transfert suffisamment rapide de chaleur.
- 2) Il est proposé d'éliminer ces essais du tableau lors de la prochaine révision de la présente partie de l'ISO 1874.
- 3) Dimensions préférées de l'éprouvette. Des disques de 100 mm de diamètre constituent une alternative acceptable.
- 4) Dimensions préférées de l'éprouvette. Des disques de 50 mm de diamètre constituent une alternative acceptable.

