NORME INTERNATIONALE

ISO 20568-2

Première édition
2017-05

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

Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Plastics — Fluoropolymer dispersions and moulding and extrusion materials —

Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

Numéro de référence
ISO 20568-2:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ... **iv**

1 Domaine d'application ... **1**

2 Références normatives ... **1**

3 Termes et définitions ... **2**

4 Préparation des éprouvettes ... **2**

5 Conditionnement et conditions d'essai ... **2**

6 Détermination des propriétés ... **2**

7 Essais du PTFE ... **2**

7.1 Essais des matériaux de polytétrafluoroéthylène (PTFE) granulaire pour moulage et extrudo-sintérisation et de la résine de PTFE produite par coagulation de la dispersion ... 2

7.1.1 Densité spécifique normale (SSG) ... 2

7.1.2 Masse volumique apparente ... 5

7.1.3 Granulométrie et distribution granulométrique ... 9

7.2 Essais des dispersions de polytétrafluoroéthylène (PTFE) ... 16

7.2.1 Préparation des échantillons pour essai ... 16

7.2.2 Pourcentages de PTFE et d'agent tensio-actif dans la dispersion aqueuse ... 16

8 Essais des polymères fluorés transformables à l'état fondu ... **17**

8.1 Essais de CPT, ECTFE, EFEP, ETFE, FEP, PFA, PVDF, PVF, VDF/CTFE, VDF/HFP, VDF/TFE, VDF/TFE/HFP ... 17

8.1.1 Température au pic de fusion ... 17

8.1.2 Indice de fluidité à chaud en masse (MFR) ... 17

8.2 Essais du PCTFE ... 20

8.2.1 Temps jusqu'à résistance nulle ... 20

8.3 Essais du TFE/PDD ... 20

8.3.1 Température de transition vitreuse ... 20

8.4 Essais des dispersions de polymères fluorés transformables à l'état fondu ... 20

Bibliographie ... **21**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e39618e3/iso-20568-2-2017

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette première édition de l'ISO 20568-2 annule et remplace l'ISO 12086-2:2006, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 20568 est disponible sur le site web de l'ISO.

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

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

Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés

AVERTISSEMENT DE SÉCURITÉ — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité éventuels qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de s'assurer du respect des exigences réglementaires. Les avertissements en 7.1.1.4 et 7.1.3.1 soulignent certains dangers spécifiques.

1 Domaine d'application

Le présent document décrit 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 de la matière.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07f10f33-ed-9b0c-4b37-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 1133-1:2011, *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR) — Partie 1: Méthode normale*

ISO 11357-2, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse et de la hauteur de palier de transition vitreuse*

ISO 11357-3, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 3: Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation*

ASTM D1430, *Standard Classification System for Polychlorotrifluoroethylene (PCTFE) Plastics*

ASTM D4591, *Standard Test Method for Determining Temperatures and Heats of Transitions of Fluoropolymers by Differential Scanning Calorimetry*

ASTM D4894, *Standard Specification for Polytetrafluoroethylene (PTFE) Granular Molding and Ram Extrusion Materials*

ASTM D4895, *Standard Specification for Polytetrafluoroethylene (PTFE) Resin Produced From Dispersion*

ASTM E11, *Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves*

© ISO 2017 – Tous droits réservés

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

4 Préparation des éprouvettes

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

5 Conditionnement et conditions d'essai

Pour la détermination de la densité spécifique, conditionner les éprouvettes moulées dans l'atmosphère 23 de l'ISO 291 pendant au moins 4 h avant l'essai. Les autres déterminations ne nécessitent aucun conditionnement.

Effectuer les essais à une température de laboratoire de 23 °C ± 2 °C pour déterminer la densité spécifique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Il convient de maintenir de préférence une température minimale de 22 °C dans le cas du PTFE, sa transition du premier ordre étant juste inférieure à 22 °C et pouvant influer 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 spécifique.

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

6 Détermination des propriétés

Les propriétés requises à des fins de désignation et/ou de spécification doivent être déterminées conformément aux Normes internationales ou nationales énumérées à l'Article 2 ou aux modes opératoires donnés dans le présent document.

7 Essais du PTFE

7.1 Essais des matériaux de polytétrafluoroéthylène (PTFE) granulaire pour moulage et extrudo-sintérisation et de la résine de PTFE produite par coagulation de la dispersion

7.1.1 Densité spécifique normale (SSG)

7.1.1.1 Utiliser la poudre de PTFE en l'état.

7.1.1.2 Un moule de préformage cylindrique est utilisé pour préparer les préformes avant le frittage. Le moule est constitué par un tube de 28,6 mm de diamètre intérieur et d'au moins 76,2 mm de profondeur. Le moule, dont le fond est constitué par un insert amovible, est muni d'un piston. L'espace compris entre ce piston et la paroi du moule doit être suffisant pour que l'air piégé puisse s'échapper pendant le pressage. Placer des disques plans de feuille d'aluminium, mesurant normalement 0,13 mm d'épaisseur et 28,6 mm de diamètre, sur chaque face de la résine. La résine à soumettre à essai doit être approximativement à la température ambiante avant le préformage. Pour obtenir une fidélité maximale, il faut peser et préformer la résine dans une salle à température constante à 23 °C ± 1 °C. Il ne faut pas

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

effectuer la présente méthode à moins de 22 °C en raison de la transition cristalline «à la température ambiante» du PTFE, phénomène pouvant engendrer des fissures dans les éprouvettes frittées et des différences de masse volumique au sein d'une même éprouvette. Des détails supplémentaires peuvent être obtenus à ce sujet dans l'ASTM D4895.

7.1.1.3 Peser 12,0 g ± 0,1 g de résine et déposer cette quantité dans le moule de préformage. Tamiser les résines dont l'écoulement n'est pas libre à travers un tamis ayant des ouvertures de mailles de 2,00 mm (n° 10). Les agglomérats de résine peuvent être brisés en agitant à la main la résine froide dans un récipient en verre, étanche et rempli à moitié. Pour ce faire, conditionner préalablement la résine dans ledit récipient dans un congélateur ou dans un compartiment à carboglace. Après avoir agité la résine pour briser les grumeaux, laisser le récipient hermétiquement fermé s'équilibrer jusqu'à une température voisine de la température ambiante. Ensuite, tamiser et peser l'échantillon pour essai de 12,0 g ± 0,1 g. Introduire le moule dans une presse hydraulique appropriée et appliquer la pression progressivement (voir la Note) jusqu'à l'obtention de la pression désirée. La pression doit être de 34,5 MPa pour les matériaux de PTFE granulaire pour moulage et extrudo-sintérisation, et de 14 MPa pour la résine de PTFE produite par coagulation de la dispersion. Maintenir la pression sur la préforme pendant 2 min. Relâcher la pression et retirer la préforme du moule. Un crayon de cire peut être utilisé pour inscrire une marque d'identification sur la préforme à ce moment.

NOTE Il est recommandé d'augmenter la pression à une vitesse de 3,5 MPa/min jusqu'à l'obtention de la valeur maximale voulue.

7.1.1.4 Placer l'étuve de frittage sous une hotte de laboratoire (ou l'équiper d'un système d'échappement approprié) et fritter les préformes conformément au programme du Tableau 1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

AVERTISSEMENT — Lorsque la résine de PTFE est chauffée à plus de 260 °C, elle peut produire de petites quantités de substances gazeuses. Du fait que certains de ces gaz sont nocifs, il est nécessaire d'utiliser un système d'aération avec aspiration lorsqu'on chauffe les résines à plus de 260 °C.

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-
1fa0c55f1f5f/iso-20568-2-2017

Tableau 1 — Conditions de frittage pour la préparation des éprouvettes SSG

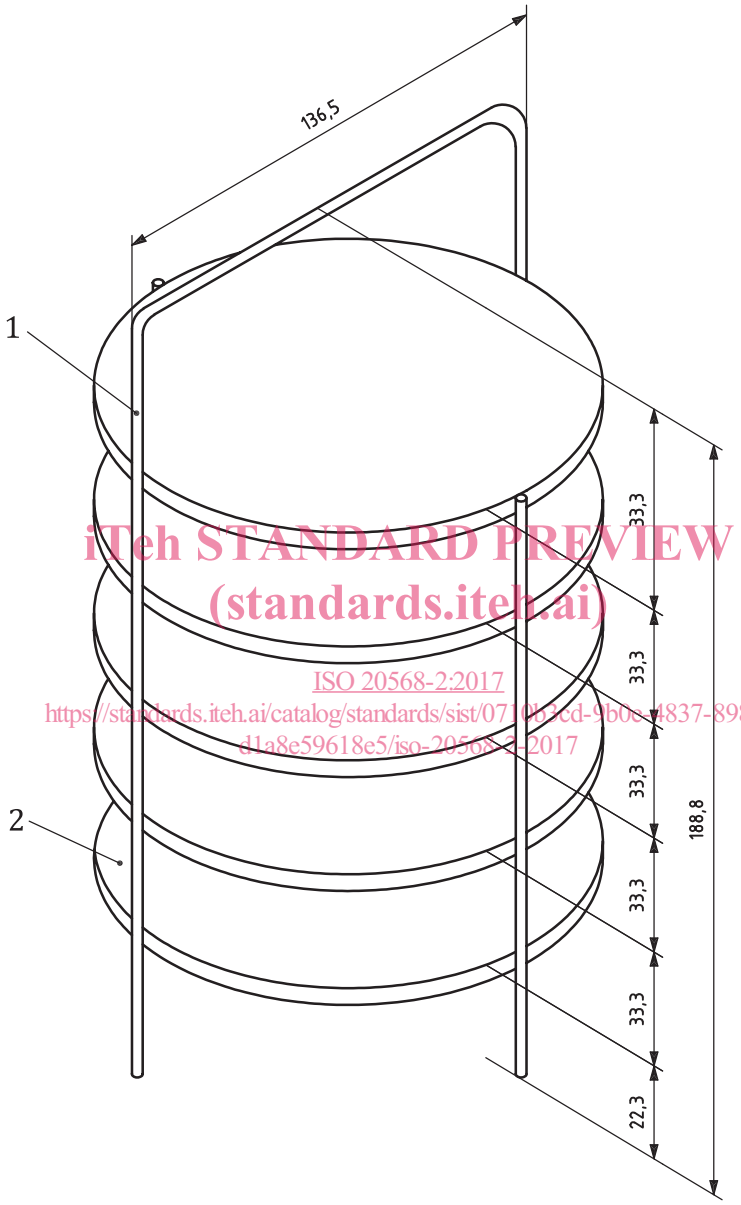
Température initiale	290
Vitesse de chauffage, °C/h	120 ± 10
Température de maintien, °C	380 ± 6
Temps de maintien, min pour les éprouvettes SSG	30^{+2}_{0}
Vitesse de refroidissement à 294 °C, °C/h	60 ± 5
Deuxième température de maintien, °C	294 ± 6
Deuxième temps de maintien, min	$24^{+0,5}_{0}$
Durée à température ambiante, min	> 30

L'utilisation d'une étuve cylindrique verticale et d'un support de frittage en aluminium a permis d'obtenir une fidélité accrue des valeurs d'essai obtenues pour la densité spécifique normale. L'étuve cylindrique a un diamètre intérieur de 140 mm et une profondeur de 203 mm, plus une profondeur additionnelle pour loger un couvercle de 50,8 mm, et est équipée de dispositifs de colliers chauffants appropriés et de commandes permettant de fritter les éprouvettes conformément au Tableau 1. Le support, tel que représenté à la Figure 1, permet de disposer les préformes symétriquement au centre de l'étuve. Placer six préformes sur chacune des étagères médianes du support (pour le frittage d'un nombre de préformes inférieur ou égal à six, placer les préformes sur le support médian, et compléter avec autant d'éprouvettes «fictives» que nécessaire). Placer les éprouvettes fictives sur les étagères du haut et du bas. Espacer les éprouvettes les unes des autres de manière régulière sur la périphérie d'un cercle sur

© ISO 2017 – Tous droits réservés

chaque étagère, et elles ne doivent pas se toucher. La charge de l'étuve ne doit pas être inférieure à 18 éprouvettes, y compris les éprouvettes fictives utilisées en complément (les éprouvettes fictives sont définies comme étant des éprouvettes de 12 g ayant préalablement été soumises au cycle de frittage. Elles doivent être uniquement utilisées pour deux ou trois cycles thermiques supplémentaires en raison d'une perte éventuelle de stabilité thermique et d'une modification éventuelle de forme physique). Des détails supplémentaires peuvent être obtenus à ce sujet dans l'ASTM D4894 ou l'ASTM D4895.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07f0b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

Légende

1 tiges de support, diam. 6,35 mm (quatre exigées)

2 étagères en aluminium de type 3003-H14 20 GA (cinq exigées)

NOTE Plaques en aluminium soudées par points aux tiges.

Figure 1 — Appareillage pour l'étuve de frittage

© ISO 2017 – Tous droits réservés

7.1.2 Masse volumique apparente

La masse volumique apparente permet d'obtenir des indications sur les performances de la résine pendant le remplissage de l'équipement de transformation. Les résines de PTFE ont tendance à se comprimer pendant l'expédition et le stockage, et même si les agglomérats de matière peuvent être brisés par tamisage ou toute autre méthode, l'état initial «à la production» ne peut pas être dupliqué. Du fait de cette tendance au tassement sous l'effet d'une faible compression ou d'un cisaillement peu important, le mode opératoire indiqué en 7.1.2.2 doit être suivi pour mesurer cette propriété. Le mode opératoire décrit ici figure également dans l'ASTM D4894 et l'ASTM D4895.

7.1.2.1 Appareillage

7.1.2.1.1 Entonnoir, tel que représenté à la Figure 2.

7.1.2.1.2 Dispositif d'alimentation, doté d'un tamis en fil métallique ayant des ouvertures de mailles de 2,38 mm, placé approximativement aux deux tiers supérieurs de la goulotte d'alimentation. L'entonnoir doit être monté en permanence à la sortie du dispositif d'alimentation[1)].

7.1.2.1.3 Régulateur[2)].

7.1.2.1.4 Récipient volumétrique et son support, tels que représentés à la Figure 3. Les parties supérieure et inférieure du récipient et du support doivent être planes et parallèles à 0,05 mm près. L'angle intérieur inférieur du récipient doit être un angle droit, comme représenté à la figure, et le fond de la partie évidée du support doit être perpendiculaire à l'axe et parallèle à sa surface supérieure. Tous les angles aigus extérieurs du support doivent être éliminés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le récipient volumétrique doit être initialement étalonné à 250 ml. Pour ce faire, le remplir d'eau distillée, placer sur la partie supérieure une plaque de verre plane, sécher les parois extérieures du bécher, puis peser ce dernier. Sa masse nette doit être de 250 g ± 0,5 g.

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b35d-9b00-4b37-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

7.1.2.1.5 Dispositif d'arasage, tel que représenté à la Figure 4, fixé en permanence à la table de travail et réglé de manière que la dentelure de sa lame passe à moins de 0,8 mm de la partie supérieure du récipient volumétrique.

7.1.2.1.6 Plan de travail, sur lequel sont posés le récipient volumétrique et le dispositif d'arasage. Il ne doit être soumis à aucune vibration. Le dispositif d'alimentation doit donc être monté sur une table voisine ou sur une applique murale.

7.1.2.1.7 Balance, munie d'un fléau prolongé, et ayant une capacité de 500 g et une sensibilité de 0,1 g ou l'équivalent.

7.1.2.2 Mode opératoire

Placer le récipient volumétrique nettoyé et sec sur le fléau prolongé de la balance et régler la tare sur zéro. Prendre environ 500 ml de résine à soumettre à essai et la déposer sur le tamis du dispositif d'alimentation. Poser le récipient volumétrique sur son support et positionner l'assemblage sur le

1) Un dispositif vibrant d'alimentation de laboratoire a été jugé approprié pour cette utilisation. Le dispositif d'alimentation «Vibra-Flow», du type F-T01A, avec goulotte d'alimentation, était utilisé à l'origine et est peut-être encore disponible. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Il convient d'utiliser un régulateur approprié pour le dispositif d'alimentation. Le régulateur «Syntron», du type CSCRBI, était utilisé à l'origine et est peut-être encore disponible. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

© ISO 2017 – Tous droits réservés

plan de travail de sorte que la hauteur de chute libre entre la sortie du dispositif d'alimentation et le rebord supérieur du récipient soit de 38,1 mm ± 3,2 mm. Une hauteur de chute supérieure engendre un tassement dans le récipient et des valeurs de masse volumique apparente plus élevées. Régler le régulateur de manière que le récipient se remplisse entre 20 s et 30 s. Verser l'échantillon sur le tamis en vibration et remplir le récipient de sorte que la résine forme un dôme et déborde. Laisser reposer la résine pendant environ 15 s, puis pousser doucement le récipient et son support sous la lame du dispositif d'arasage. Veiller à éviter toute agitation de la résine et du récipient avant l'arasage. Peser la résine à 0,1 g près.

7.1.2.3 Expression des résultats

Calculer la masse volumique apparente, en grammes par litre, comme suit:

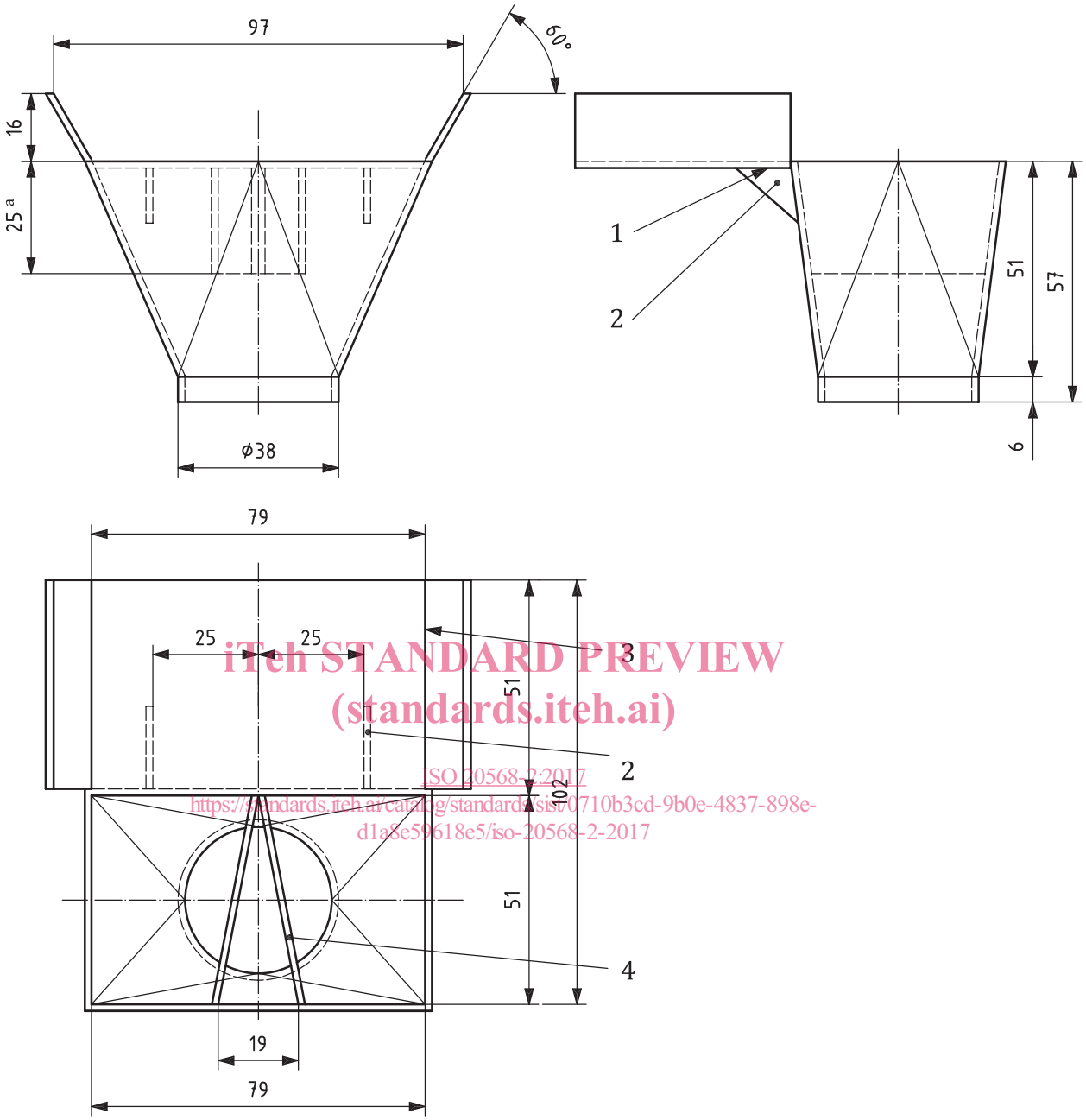
Masse de résine dans le récipient × 4 = masse volumique apparente

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a8e59618e5/iso-20568-2-2017

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 20568-2:2017
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0710b3cd-9b0e-4837-898e-d1a5e59618e5/iso-20568-2-2017

Légende

1 soudure

2 deux nervures de renforcement, approx. 13 mm × 13 mm × 1,6 mm d'épaisseur, dans les positions montrées

3 pliage

4 ailette de renforcement (placer deux séparations comme indiqué)

a Profondeur des compartiments

NOTE Matériau de l'entonnoir: acier inoxydable type 304, calibre 16 (épaisseur 1,6 mm)

Figure 2 — Détails de l'entonnoir utilisé pour la détermination de la masse volumique apparente