

Titre: Etude de la thermoformabilité du polyéthylène à très haute masse
Title: moléculaire (UHMWPE)

Auteur: Vinh Trung Buu
Author:

Date: 1989

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Buu, V. T. (1989). Etude de la thermoformabilité du polyéthylène à très haute
Citation: masse moléculaire (UHMWPE) [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal].
PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/57939/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/57939/>
PolyPublie URL:

**Directeurs de
recherche:**
Advisors:

Programme: Non spécifié
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE LA THERMOFORMABILITÉ DU POLYÉTHYLÈNE
À TRÈS HAUTE MASSE MOLÉCULAIRE (UHMWPE)

par

VINH TRUNG BUU
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU GRADE DE MAÎTRE ES SCIENCES APPLIQUÉES (M.Sc.A.)
FÉVRIER 1989

National Library
of Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Canadian Theses Service Service des thèses canadiennes

Ottawa, Canada
K1A 0N4

The author has granted an irrevocable non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of his/her thesis by any means and in any form or format, making this thesis available to interested persons.

L'auteur a accordé une licence irrévocable et non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de sa thèse de quelque manière et sous quelque forme que ce soit pour mettre des exemplaires de cette thèse à la disposition des personnes intéressées.

The author retains ownership of the copyright in his/her thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège sa thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

ISBN 0-315-52716-1

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé:

ÉTUDE DE LA THERMOFORMABILITÉ DU POLYÉTHYLÈNE
À TRÈS HAUTE MASSE MOLÉCULAIRE (UHMWPE)

présenté par: VINH TRUNG BUU

en vue de l'obtention du grade de: M.Sc.A.

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

- Bohuslav Fisa, Ph.D., président
- Raymond Gauvin, D.Sc.A.
- Jean-Pierre Chalifoux, Ph.D.

SOMMAIRE

Le Ultra High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE) est un homopolymère linéaire de polyéthylène avec un poids moléculaire extrêmement élevé de l'ordre de 4 millions ou plus. Le UHMWPE est un plastique très tenace, résistant à l'abrasion, la corrosion et le frottement, il est aussi caractérisé par d'excellentes propriétés d'usure et sa grande résistance à l'impact à des températures très basses. À cause de sa structure moléculaire faite de chaînes particulièrement longues, le UHMWPE possède un état viscoélastique prononcé à la température de fusion ce qui empêche l'utilisation des procédés de formage conventionnels. Pour le mettre en forme, les procédés les plus utilisés sont le moulage par compression, l'extrusion à piston et le frittage.

La fabrication de produits de petite ou de grande taille par le thermoformage est bien établie pour plusieurs matériaux et plusieurs applications. Pourtant, le thermoformage montre qu'il y a encore un énorme potentiel de marchés à développer avec des polyoléfines comme le polyéthylène à haute densité et le polypropylène.

Le but de cette étude est d'investiguer la thermoformabilité du UHMWPE. Le matériau de UHMWPE utilisé est le

GUR-41 de Hoescht. Dans un premier cas, les feuilles sont blanches et dans l'autre elles sont de couleur noire puisqu'on a ajouté 0.5% de noir de carbone. Les matériaux sont fournis par la compagnie SOLIDUR et se présentent sous forme de feuilles d'épaisseur nominale de 1/8 po et 1/16 po. Cette étude consiste donc à établir les paramètres du procédé comme la température de thermoformabilité, le temps de chauffage, la pression de vacuum et les rapports de déformation possible. Les propriétés des pièces thermoformées sont aussi examinées.

Des recherches récentes ont montré que des tests de tractions uniaxiales à des températures variables, à taux constant ou à charge constante peuvent servir pour évaluer la thermoformabilité des matériaux. Dans la littérature, certaines méthodes ont aussi été proposées pour normaliser l'évaluation de la thermoformabilité des feuilles de thermoplastique. Notre étude sur le UHMWPE est basée sur ces méthodes.

Les résultats ont montré que la thermoformabilité du UHMWPE est excellente. Les meilleurs résultats ont été obtenus avec des feuilles de 1/16 po d'épaisseur et dans la gamme de température 140°C - 155°C. Une application de vacuum progressive aide le matériau à s'étirer plus uniformément. L'addition de 0.5% (de masse) de poudre de car-

bone ne change pas la performance du matériau mais réduit le temps de chauffage d'environ 25% dans un four à infrarouge. Sur les pièces thermoformées, les modules de traction et d'élasticité du matériau n'ont pas été affectés par le procédé de thermoformage. Nous avons également étudié la stabilité dimensionnelle des pièces thermoformées qui s'est avérée excellente jusqu'à 110°C.

ABSTRACT

The Ultra High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE) is a linear-homopolymer with an extremely high molecular weight of 4 millions or more. It is a very tough plastic, very resistant to abrasion and corrosion, also highly wear resistant. The most outstanding property of UHMWPE is its high impact strength, which is substantially maintained even at very low temperatures. Since UHMWPE is a superstructure formed by entanglements of long molecular chains, it has very high melt viscosity which limits its processability by conventional forming technique. To be processed, it requires such techniques as compression molding, ram extrusion and sintering.

The production by thermoforming technique of small as well as relatively large parts is well established in many applications and appears to have considerable potential for many new markets such as high-density polyethylene (HDPE) and polypropylene.

The object of this investigation is to evaluate the thermoformability of the UHMWPE. The material used was the GUR-41 from Hoescht. Two kinds of sheets were utilized: white sheet in one case, and black sheet on the other which contained 0.5% per wt of carbon black. The material was

supplied by the company Solidur on two different thicknesses 1/8 in. and 1/16 in. In this study, the processing parameters such as thermoforming temperature, heating time, vacuum pressure and draw ratio are determined; properties of thermoformed parts are also examined.

Over the years, uniaxial testing at various temperatures either at constant rate or constant load was often used to evaluate the thermoforming behavior of various materials. Recently, a standard method was proposed to assess the thermoformability of thermoplastics sheets. The method involved uses a mold with variable geometry which they called the varimolds. Based on these concepts, the thermoformability of UHMWPE is examined on this study.

The results show that the thermoformability of UHMWPE is good. The best results were obtained with 1/16 in. thick sheet and a draw ratio of 1.0, with the material temperature between 140°C and 155°C. It was found that the application of a progressive vacuum pressure as opposed to a constant vacuum pressure helps the material to stretch more uniformly hence producing a better part. We also found that the addition of 0.5% per wt of carbon black did not change the thermoformability of the material, however, it reduced the heating time in an infra-red oven by 25% approximately. The evaluation of tensile strength and

modulus of the thermoformed material cups shows that these properties were not affected by the thermoforming process. We have also studied the dimensional stability of the formed cups which was excellent up to 110° C.

REMERCIEMENTS

Je désire exprimer ma gratitude à mon directeur de recherche, le docteur Raymond Gauvin, professeur au département de génie mécanique de l'École Polytechnique de Montréal qui m'a dirigé dans le choix du sujet de ce mémoire ainsi que lors des diverses étapes de cette étude.

Je voudrais remercier aussi le Groupe de recherche sur les plastiques et composites (GRPC) du département de génie mécanique pour leurs précieux conseils dans la rédaction de ce mémoire.

Je remercie également les techniciens de l'Institut de génie des matériaux (IGM) pour leur aide à l'utilisation de la machine de traction, de thermoformage et les instruments connexes.

Enfin, je désire remercier le regretté monsieur Robert Lemieux ainsi que messieurs Gaston Champagne et Jacques Beausoleil, techniciens au département de génie mécanique sans oublier madame Sylvie Lamontagne qui a vu à la dactylographique et à la mise en page de ce mémoire.

TABLE DES MATIÈRES

SOMMAIRE	iv
ABSTRACT	vii
REMERCIEMENTS	x
LISTE DES FIGURES	xiv
LISTE DES TABLEAUX	xvii
CHAPITRE I - INTRODUCTION	1
I-1 INTRODUCTION	1
I-2 DESCRIPTION DU PROCÉDÉ DE THERMOFORMAGE	3
I-2-1 Définition	3
I-2-2 Historique	5
I-2-3 Méthodes de formage	6
I-2-3-1 Formage par vacuum	7
I-2-3-2 Formage par pression	8
I-2-3-3 Formage par mécanique	8
I-2-4 Les machines de thermoformage	11
I-2-4-1 Le chauffage	12
I-3 RÉFÉRENCES À LA LITTÉRATURE	13
CHAPITRE II - PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES	18
II-1 MATÉRIAUX ET APPLICATIONS	18
II-1-1 Introduction	18
II-1-2 Propriétés du UHMWPE	18
II-1-3 Propriétés thermiques	22

II-1-4	Le poids moléculaire	22
II-1-5	Description du matériau utilisé	25
II-2	PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES	26
II-2-1	Tests préliminaires sur les feuilles de UHMWPE	26
II-2-1-1	Introduction	26
II-2-1-2	Test de retrait libre	27
II-2-1-3	Comportement à haute tempé- rature	30
II-2-1-4	Test de traction uniaxiale à température variable	32
II-2-2	Essais de formage de gobelet	34
II-2-2-1	Introduction	34
II-2-2-2	Les fixations	36
II-2-2-3	Les éléments chauffants ...	38
II-2-2-4	Le moule	40
II-2-2-5	Le vacuum	42
II-2-2-6	Procédure	42
II-2-3	Tests sur les gobelets thermoformés .	45
II-2-3-1	Retrait après le formage ..	46
II-2-3-2	Stabilité dimensionnelle ..	46
II-2-3-3	Comparaison des propriétés du matériau avant et après thermoformage	50

CHAPITRE III - OBSERVATIONS ET RÉSULTATS	52
III-1 TEST DE RETRAIT LIBRE	52
III-2 COMPORTEMENT À HAUTE TEMPÉRATURE	53
III-3 TESTS DE TRACTION UNIAXIALE À TEMPÉRATURE VARIABLE	55
III-4 FORMAGE DE GOBELTETS	61
III-4-1 Phase de chauffage	61
III-4-2 Phase de formage	62
III-4-3 Résultats	65
III-5 PROPRIÉTÉS DU MATÉRIAU THERMOFORMÉ	80
CHAPITRE IV - COMPARAISON DE L'ÉPAISSEUR DES PAROIS AVEC UN MODÈLE THÉORIQUE	83
IV-1 INTRODUCTION	83
IV-2 LES ÉQUATIONS	84
IV-3 RÉSULTATS	89
CHAPITRE V - CONCLUSION GÉNÉRALE	92
RÉFÉRENCES	94
ANNEXE A - EXTRAIT DE LA NORME D638M	98
ANNEXE B - EXTRAIT DE LA NORME D1708-84	108

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1	Thermoformage par vacuum: la feuille de plastique est fixée et chauffée	4
Figure 1.2	Thermoformage par la pression: la feuille de plastique est chauffée par conduction .	9
Figure 1.3	Thermoformage par poinçon et matrice. La pièce formée est caractérisée par des épaisseurs plus uniformes	10
Figure 1.4	Courbes de contrainte et d'élongation maximale typique d'une feuille de thermoplastique	16
Figure 2.4	a) Préparations faites sur un disque de 20 cm de diamètre pour le test de retrait libre - b,c) Les déformations possibles par retrait contrainte thermique	29
Figure 2.5	Montage d'installation de la feuille de plastique pour les tests de comportement à haute température	31
Figure 2.6	La feuille de plastique est serrée entre des plaques de bois, seule une ouverture circulaire de 16 cm de diamètre expose la feuille au chauffage	37
Figure 2.7	Schématique de la machine de thermoformage et du moule	39

Figure 2.8	Illustration du moule de thermoformage à fond ajustable en hauteur pour avoir différents rapports de déformation	41
Figure 2.9	Dimension de la feuille de plastique coupée pour le thermoformage de gobelets ...	44
Figure 2.10	Préparations faites sur le gobelet pour les tests de stabilité dimensionnelle ...	48
Figure 2.11	Les directions de tests sur le gobelet ..	49
Figure 3.1a)	Courbes de contrainte vs élongation pour les deux matériaux aux différentes températures 30°C-130°C	57
Figure 3.1b)	Courbes de contrainte vs élongation pour les deux matériaux aux différentes températures 120°C-150°C	58
Figure 3.2	Variation du module d'élasticité et de la contrainte au seuil avec la température .	60
Figure 3.3	Schéma de déformation d'une feuille de UHMWPE pour les rapports de déformation de 1.0 et 0.5	63
Figure 3.5	Mesures typiques de l'épaisseur du gobelet par rapport au matériau d'origine à des points de références sur le gobelet avec différentes forces de vacuum et DR 1.0	
	a) 70% de puissance de chauffage	70
	b) 90% de puissance de chauffage	71

	c) 100% de puissance de chauffage	72
	d) 70% de puissance de chauffage	73
	e) 80% de puissance de chauffage	74
	f) 100% de puissance de chauffage	75
Figure 3.6	La température à la surface de la feuille vs temps de chauffage pour les deux maté- riaux et deux épaisseurs; la puissance de chauffage est à 90% de maximum	78
Figure 3.7	Représentation des gobelets thermoformés avec le vacuum à Var.Hg; pour 1/16 po d'épaisseur des deux matériaux	79
Figure 4.4	Comparaisons entre les mesures expérimen- tales (haut) et théoriques (bas) pour DR 1.0	91

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Les changements dans les propriétés du UHMWPE par rapport au LDPE	20
Tableau 2.2	Les propriétés du UHMWPE de deux fournisseurs différents	21
Tableau 2.3	Variations des propriétés du UHMWPE avec le poids moléculaire	24
Tableau 3.4	Résultats des essais de thermoformage de gobelets. X-non réussit O-réussit	67
Tableau 3.8	Résultats comparatifs entre le matériaux d'origine et les gobelets thermoformés ...	82

CHAPITRE I
INTRODUCTION

I-1 INTRODUCTION

Le "Ultra High Molecular Weight Polyethylene", communément appelé UHMWPE, est un polymère avec un degré de polymérisation très élevé produit par le procédé Ziegler à basse pression. Il a été produit pour la première fois, il y a 25 ans déjà, mais son usage a été limité à cause des difficultés de transformation. Cependant, depuis quelques années, son application se développe rapidement à cause d'une plus grande connaissance de ses propriétés particulièrement intéressantes [1,2]. Le UHMWPE se compare favorablement avec les thermoplastiques comme le polyamide, le polytétrafluoréthylène et le polyacétal. Jusqu'à maintenant, le UHMWPE n'est pas à recommander pour les procédés à fusion [1]. Son très haut masse moléculaire donne au UHMWPE un comportement viscoélastique prononcé après fusion [1,2]. Un bloc de UHMWPE chauffé à une température plus élevée que sa température de fusion ($\approx 142^{\circ}\text{C}$) ne change pas sa forme, mais il devient simplement clair à cause de la transformation de la phase cristalline [1]. Il requiert des techniques comme le moulage par compression, l'extrusion à piston et le frittage. C'est un matériau qui s'usine très bien et plusieurs pièces sont ainsi fabriquées

à partir de plaques épaisses moulées par compression à chaud.

Durant les récentes années, des techniques comme le "Gelimat Ultra High Speed Mixer", le moulage par injection et le forgeage ont été proposées pour former le UHMWPE [2,3,4] et dans plusieurs cas d'excellents résultats ont été rapportés.

Avec des outils et des équipements peu coûteux, le procédé de thermoformage offre des avantages certains pour les industries sans compter que les cycles de production sont courts. La fabrication de petites comme de grandes pièces par le thermoformage est bien établie dans plusieurs domaines et applications. Pourtant il y a encore un énorme potentiel à développer avec les polyoléfines.

Récemment, les polyoléfines comme le polyéthylène à haute densité et le polypropylène en feuilles ont été proposés pour le thermoformage [5]. Le UHMWPE est bien différent des autres polyoléfines et l'objectif de cette étude est d'évaluer sa thermoformabilité.

I-2 DESCRIPTION DU PROCÉDÉ DE THERMOFORMAGE

I-2-1 Définition

Depuis longtemps on sait que les thermoplastiques peuvent se ramollir et se déformer sous l'influence de la chaleur, et cela d'une manière pratiquement illimitée. Cette déformation est accentuée si à l'effet thermique, on associe une certaine contrainte.

Aujourd'hui, ces phénomènes de thermo-déformation sont communs à toutes les techniques de transformation des plastiques. Cependant, la dénomination de "thermoformage" ou de "formage thermique" est réservée aux procédés utilisant les demi-produits rigides en plaques ou en feuilles. La méthode consiste à chauffer une feuille ou une plaque de thermoplastique jusqu'à sa température de ramollissement et ensuite, forcer le matériau à épouser la forme d'un moule par les moyens mécaniques, par la pression, par le vacuum ou une combinaison des trois. En le maintenant jusqu'à refroidissement, le plastique retient alors la forme du moule et les détails (Fig. 1.1).

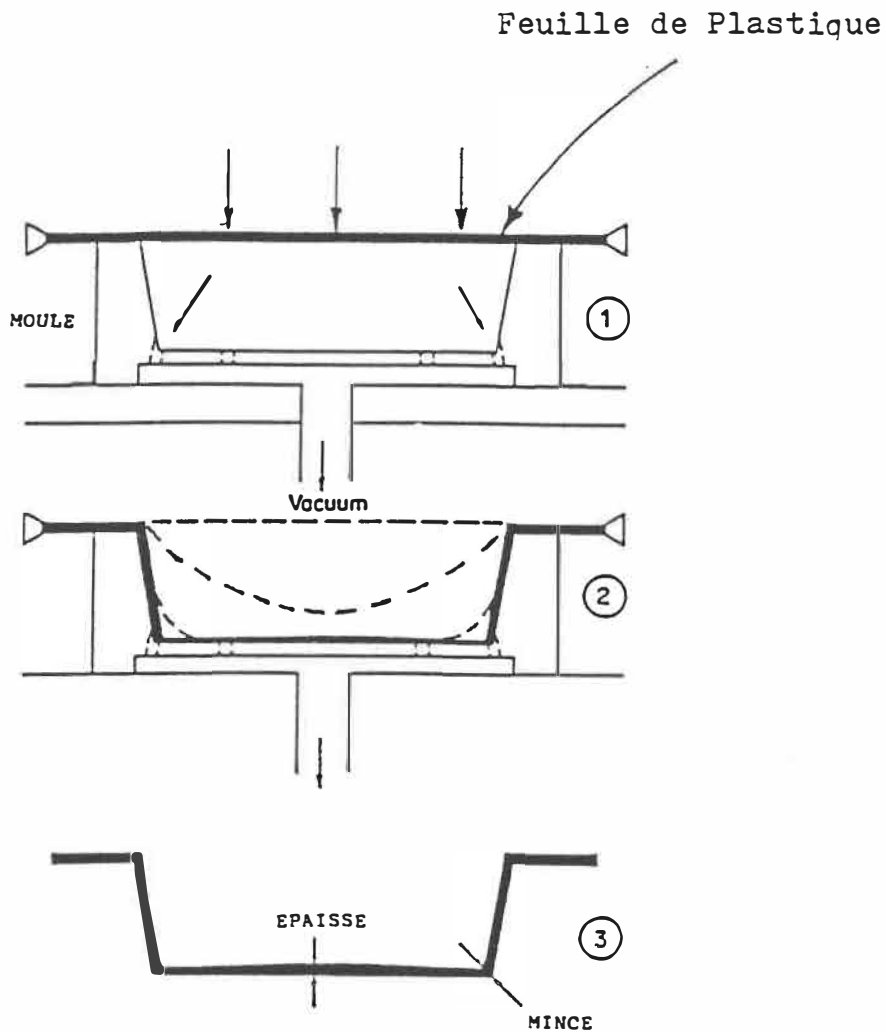


Figure 1.1 - Thermoformage par vacuum: la feuille de plastique est fixée et chauffée.

- 1) La pression atmosphérique pousse la feuille vers le moule.
- 2) La feuille de plastique refroidit en entrant en contact avec le moule.
- 3) Les parties qui touchent le moule en dernier sont plus minces.

I-2-2 Historique

Le thermoformage est l'une des plus anciennes méthodes de mise en forme. La méthode a été découverte par les Égyptiens des temps anciens en chauffant les carapaces de tortues pour les transformer en produits utiles ou décoratifs. La commercialisation du thermoformage débute au 19e siècle avec le développement du nitrate de cellulose en Suisse. Le procédé a progressé par la suite grâce au développement du nitrate de cellulose plastifié par l'américain John Wesley Hyatt [6].

Vers la fin des années cinquante, l'importance du procédé de thermoformage n'est plus à douter, avec des produits comme les calotes transparentes des avions en acrylique, l'intérieur des réfrigérateurs en ABS, la coque de petits bateaux, des plans de géographie en trois dimensions et les produits d'emballage.

Depuis les années soixante, l'application du thermoformage n'arrête pas de progresser, et il est devenu une des techniques majeures de transformation du plastique. Aujourd'hui, l'application du thermoformage produit une multitude de produits qui va de coffres à bagage, tableau de bord des voitures, aux produits domestiques comme des chaises, des tables, des verres, des casseroles, etc. Le

futur du thermoformage s'annonce merveilleusement avec l'automatisation du procédé pour le rendre encore plus performant et le développement des nouveaux matériaux à renforcement de fibres de verre.

Les avantages du thermoformage comparés aux autres méthodes de formage résident en des outils et des équipements peu coûteux et un temps de production court. Entre autres désavantages, il faut découper les pièces produites pour enlever les bordures et utiliser des "semi-produits" en feuilles.

I-2-3 Méthodes de formage

Les techniques de thermoformage existantes sont nombreuses, mais toutes ne sont que des variations de trois techniques de base:

- formage par vacuum
- formage par pression
- formage mécanique

Ces techniques, qui seront exposées rapidement ici, ont presque les mêmes équipements de base: cadres de fixation à l'action parallèle; des éléments chauffants au-

dessus et en dessous de la feuille de plastique et généralement un demi moule.

I-2-3-1 Formage par vacuum

C'est sans doute la technique la plus versatile et la plus utilisée dans les procédés de thermoformage. La technique consiste simplement à utiliser le vacuum pour retirer l'air qui se situe entre le moule et la feuille. La feuille de plastique chaude, qui est dans un état "caoutchouteux" est poussée par la pression atmosphérique à épouser le contour du moule femelle d'où la zone dépressurisée. Après une courte période de refroidissement, le formage est complété et la pièce peut être retirée du moule (Fig. 1.1).

L'utilisation du formage par vacuum est limité par un rapport de déformation hauteur/largeur qui varie cependant selon l'épaisseur de la feuille initiale et le matériau utilisé. Un plus grand rapport de déformation peut nécessiter une face supplémentaire appliquée par une pression ou mécaniquement pour étirer la feuille avant le formage final [6].

I-2-3-2 Formage par pression

Dans cette technique de formage, au lieu d'utiliser la pression atmosphérique pour forcer la feuille de plastique chaude à épouser le contour du moule, comme dans le formage par vacuum, on applique une pression d'air comprimé. L'air sous pression, qui peut aller jusqu'à 500 psi, est appliqué contre le dessus de la feuille et pousse celle-ci à prendre la forme du moule qui est en dessous. Cette technique est très utilisée dans la production d'articles à parois minces et uniformes. Elle est aussi utilisée pour produire des articles d'optiques transparents en acrylique. Un exemple de formage par pression est présenté à la Figure 1.2.

I-2-3-3 Formage par mécanique

Durant les récentes années, les méthodes de formage par poinçon et matrice ont été souvent utilisées. Cette méthode n'utilise ni la pression, ni le vacuum. Les opérations consistent à serrer dans un cadre une feuille de plastique qui est ensuite chauffée jusqu'à la température de formage. Un moule mâle et un moule femelle sont ensuite utilisés pour former la feuille tel que montré à la Figure 1.3.

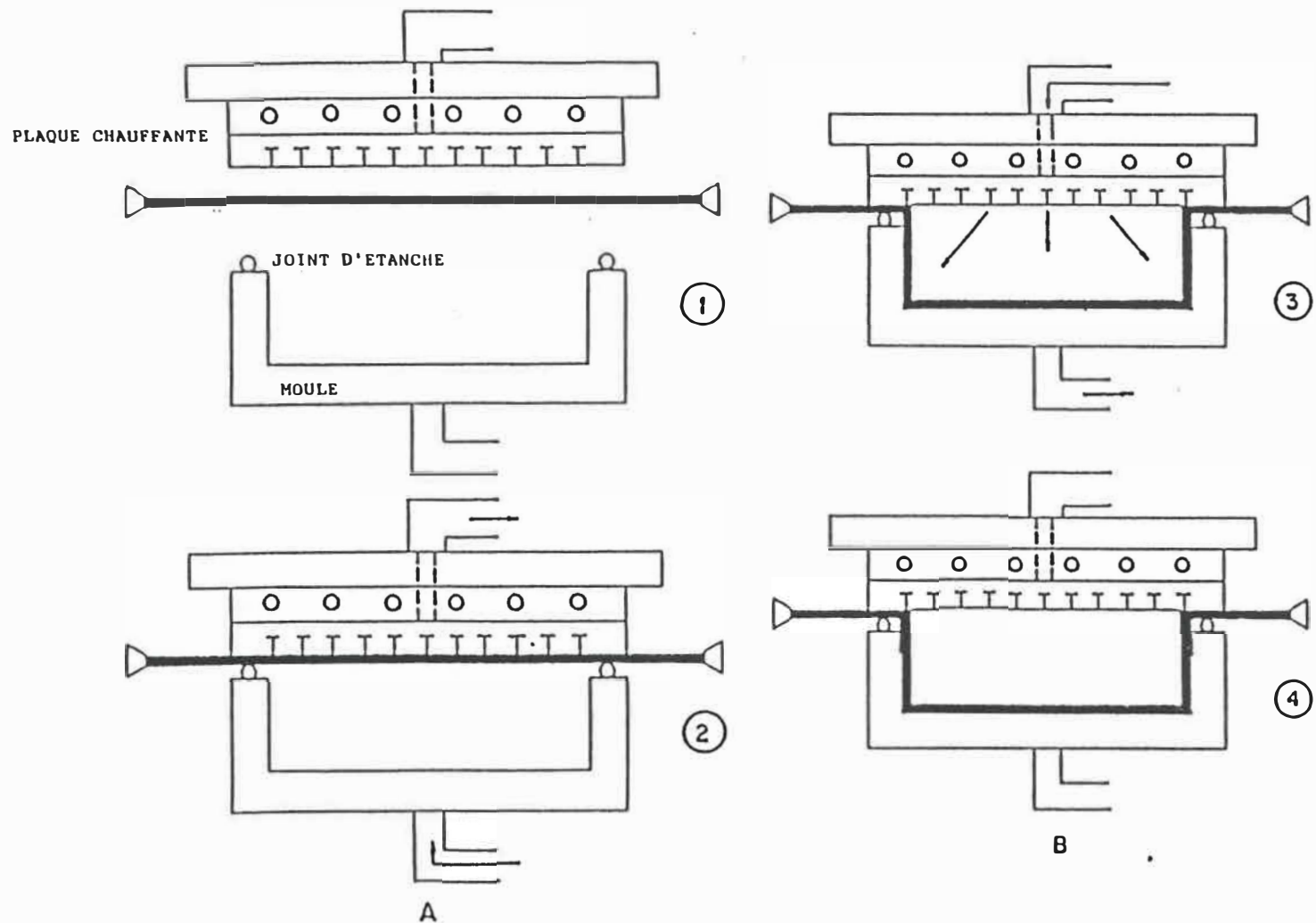


Figure 1.2 - Thermoformage par la pression: la feuille de plastique est chauffée par conduction, la pression est appliquée à travers la plaque chauffante.

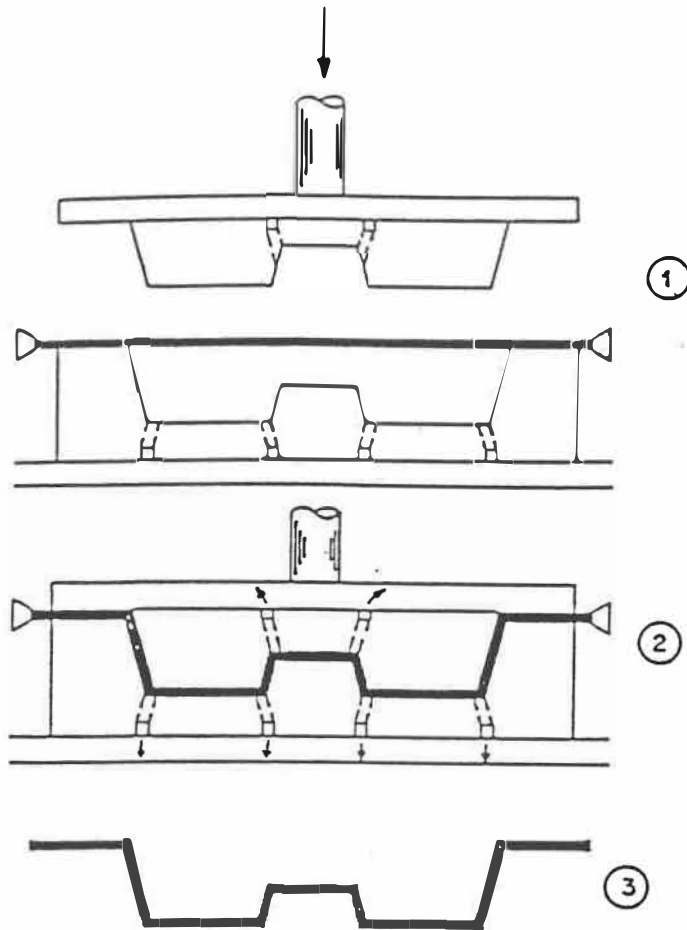


Figure 1.3 - Thermoformage par poinçon et matrice.
La pièce formée est caractérisée par
des épaisseurs plus uniformes.

I-2-4 Les machines de thermoformage

Les machines de thermoformage sont aussi variées que les produits qu'elles fabriquent. Elles vont de très simples complètement manuelles à des équipements très compliqués contrôlés par ordinateur pour des productions en série. Mais toutes les machines ont les éléments suivants:

- Des éléments chauffants pour chauffer le matériau jusqu'à la température de formage.
- Un cadre de fixation pour maintenir la feuille de plastique pendant le chauffage et le formage.
- Des mécanismes pour monter ou descendre le moule vers la feuille de plastique.
- Un système pour le vacuum ou pour avoir une pression d'air.
- Les unités de contrôles pour les variables d'opérations.
- Les systèmes de sécurité.
- Les systèmes de refroidissement.

I-2-4-1 Le chauffage

Sans doute une étape des plus importantes dans le procédé de thermoformage est le chauffage. Pour avoir de l'uniformité dans les pièces produites, les feuilles doivent être chauffées le plus uniformément possible. Un chauffage inégal provoque un étirement non uniforme de la feuille dans le formage, les endroits plus ou moins chauds ont des contraintes d'élongation différentes. Il en résulte des déchirures ou des endroits trop minces dans la pièce formée.

Il existe trois méthodes de chauffage pour les feuilles de plastique: conduction, convection et radiation. Le contact direct entre la source de chauffage et le matériau est sans doute le moyen le plus efficace. Pourtant, la méthode de chauffage par conduction n'est pratiquement jamais utilisée. Le problème est qu'on ne peut se permettre de glisser la feuille de plastique sur la surface chauffante, tous les défauts et les irrégularités de la surface chauffante vont être imprimées sur le plastique. À température élevée, la feuille peut se coller sur l'élément chauffant [7].

Le four à convection est très souvent utilisé, soit comme source de chaleur principale ou utilisé conjointement

avec le chauffage par radiation. Pourtant, c'est une méthode de chauffage inefficace car le coefficient de transfert de chaleur de l'air, par convection est au plus 10 Btu/pi².h.°F [7]. Ajouter à cela, il y a la résistance au transfert de chaleur par conduction dans le plastique et la résistance au transfert de chaleur par convection à la surface de la feuille.

La phase de chauffage est critique, on désire avoir un chauffage uniforme et rapide. Le chauffage par infrarouge (radiant) est sans doute le plus rapide, le moins cher et le plus populaire. Les éléments de chauffage du type "sandwich" permettent de chauffer les deux côtés de la feuille simultanément. Il faut minimiser le chauffage inégal qui peut causer des ondulations et la dégradation dans le polymère.

I-3 RÉFÉRENCES À LA LITTÉRATURE

Le thermoformage est un procédé dans lequel le plastique, rendu étirable et flexible par la chaleur, est déformé en une forme tridimensionnelle par l'application de la pression ou du vacuum. Les principales variables du procédé sont:

- l'épaisseur de la feuille et sa variation,
- la température de la feuille,
- le gradient de température à travers l'épaisseur de la feuille et à la surface de la feuille,
- la méthode de thermoformage utilisée,
- la balance des déformations uniaxiales et biaxiales,
- le taux de déformation et la valeur de cette déformation,
- la géométrie du moule.

En pratique, il est presque impossible ou très difficile de considérer tous ces paramètres en laboratoire.

Durant les récentes années, quelques généralisations importantes ont été établies dans le but de déterminer la thermoformabilité d'un matériau.

Presque tous les thermoplastiques peuvent être thermoformés. Cependant, le pourcentage de déformation possible avec le procédé de thermoformage est spécifique à chaque matériau. Pour toutes les méthodes de formage, il est nécessaire de faire le bon choix des paramètres pour pouvoir tirer le maximum de propriétés du matériau. Beaucoup d'études ont été faites dans le but de comprendre les paramètres qui contrôlent le procédé de thermoformage pour éviter la traditionnelle méthode par tâtonnement qui peut résulter en un procédé coûteux et inefficace [8].

L'étude de la thermoformabilité d'un matériau doit inclure des variables telles que le taux de chargement et le taux d'élongation qui s'ajoute à l'histoire thermique [9] de la feuille soit la température de chauffage et le temps de maintien. Il est nécessaire de connaître le comportement d'un plastique à haute température pour déterminer si un matériau est approprié pour le thermoformage. La Figure 1.4 montre une courbe typique de contrainte et d'élongation maximale en fonction de la température pour un thermoplastique [10]. On peut observer que l'élongation maximale possible se situe aux alentours de la température de fléchissement du plastique et qu'elle descend rapidement jusqu'à la température d'écoulement. Comme on peut le constater, la contrainte nécessaire à l'allongement baisse rapidement avec l'augmentation de la température du matériau. Pour former avec un moule profond, il faut que la feuille de plastique soit chauffée et formée dans la zone de température de fléchissement du matériau pour avoir un pourcentage d'élongation maximum. Cependant, il est possible que dans cette zone de température, la contrainte dans la feuille soit encore trop grande pour que l'étirement puisse être fait par le seul effet du vacuum. Si la feuille est chauffée à une température supérieure pour réduire l'effort suffisamment, alors le pourcentage d'élongation possible se retrouve trop petit pour le formage requis.

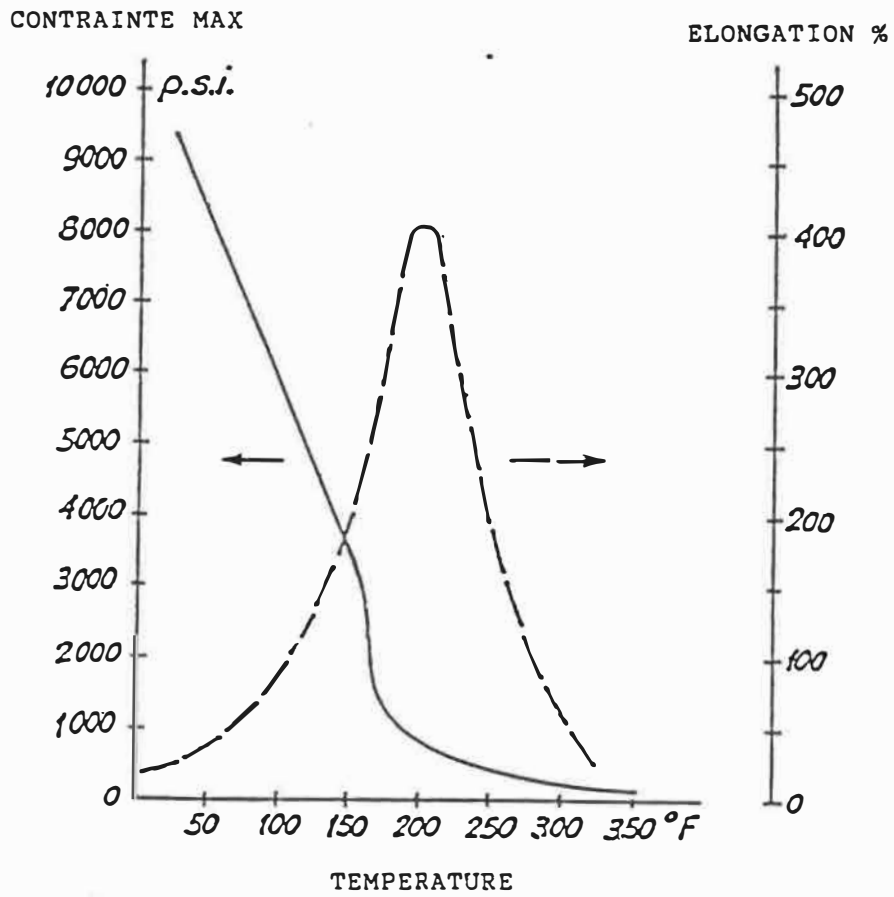


Figure 1.4 - Courbes de contrainte et d'élongation maximale typique d'une feuille de thermo-plastique.

Les conclusions tirées des tests de tractions uniaxiales à température variable, à taux d'étirement constant ou à taux de chargement constant, ont été souvent utilisées pour évaluer la thermoformabilité d'un matériau. Les études de thermoformabilité et de formage en phase solide faites sur des matériaux comme l'ABS, le polyéthylène à haute densité, le polypropylène et le polycarbonate ont donné d'excellents résultats en se basant sur ce principe [5,8,9]. Des observations ont montré que la zone de fluage ou d'écoulement en filament de certains matériaux à haute température correspondait aux phénomènes de déchirure ou d'amincissement excessif de la feuille pendant la déformation biaxiale [5].

Récemment, une méthode a été proposée pour standardiser l'étude de la thermoformabilité des feuilles en thermoplastique [11]. Cette méthode, développée à l'Institut de génie des matériaux du Conseil national de recherches du Canada implique l'utilisation d'un moule à géométrie variable qui a été appelé "Varimold". La description de ce moule sera faite dans les sections suivantes.

CHAPITRE II

PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

II-1 MATÉRIAUX ET APPLICATIONS

II-1-1 Introduction

Il y a un peu plus de 25 ans Karl Ziegler découvrait la méthode de polymérisation à basse pression d'éthylène; au même moment, l'histoire du UHMWPE débute [27]. Le UHMWPE est un homopolymère linéaire de polyéthylène avec une masse moléculaire extrêmement élevée de l'ordre de 4 millions et plus. Son très haut poids moléculaire rend le UHMWPE très difficile à former par les procédés de fusion conventionnels [1,2]. Le matériau a un comportement viscoélastique très prononcé à la température de fusion. Il est limité à des méthodes comme le moulage par compression, l'extrusion à piston, le forgeage et d'autres procédés spéciaux.

II-1-2 Propriétés du UHMWPE

Depuis quelques années, l'intérêt sur le UHMWPE augmente sans cesse à cause de ses combinaisons de propriétés exceptionnelles.

En plus de sa surface non adhérente, le UHMWPE est un plastique très tenace, résistant à l'abrasion, la corrosion et le frottement. Ce matériau a aussi un coefficient de frottement très bas, une bonne résistance à la radiation nucléaire et à l'attaque chimique [1,2,12,13,14].

Le UHMWPE est aussi caractérisé par d'excellentes propriétés d'usure et sa grande résistance à l'impact même à de très basses températures se compare favorablement avec d'autres plastiques performants comme le polyamide et le polytétrafluoréthylène [12].

Les importants changements dans les propriétés mécaniques du UHMWPE par rapport au LDPE sont notés dans le Tableau 2.1 [12]. On remarque des variations importantes pour la résistance à l'impact et à l'abrasion. Le Tableau 2.2 donne un aperçu général des propriétés du UHMWPE de deux fournisseurs différents.

Propriétés du LDPE et du UHMWPE

	<u>Test ASTM</u>	<u>LDPE</u>	<u>UHMWPE(GUR)</u>
Masse moléculaire moyenne		300 000	3-6 millions
Température de fusion, °C		122-124	135-138
Contrainte à la rupture, psi.	D638	1900-4000	6600
Elongation à la rupture, %	D638	100-950	420-525
Contrainte au seuil, Psi.	D638	1400-2800	3100-4000
Impact d'Izod, lb-ft/in.	D256A	1.0-9.0	60

Table 2.1 - Les changements dans les propriétés du UHMWPE par rapport au LDPE.

PROPRIETES TYPIQUES DU UHMWPE

	<u>Test ASTM</u>	<u>HERCULES 1900 UHMWPE</u>	<u>HOECHST Hostalen GUR</u>
Densité	D792	0.93	0.928-0.935
Contrainte à la rupture, psi.	D638	6000	6200
Contrainte au seuil, psi.		2900	3100
Elongation max., %		300	450
Dureté	D2240	68	62 - 66
Coefficient de friction			
Statique		0.2 à 0.25	0.15 à 0.20
Dynamique		0.15 à 0.20	0.10 à 0.22

Table 2.2 - Les propriétés du UHMWPE de deux fournisseurs différents.

II-1-3 Propriétés thermiques

La stabilité dimensionnelle sous charge du UHMWPE de Hostalen GUR est supérieure à celle du polyéthylène à masse moléculaire plus faible. Le UHMWPE peut supporter des bas niveaux de contrainte mécanique dans la gamme de température 80-90°C sans avoir une déformation significative [14]. La température de fusion des cristaux du UHMWPE est de 135-138°C et le matériau ne supporte pas de charge utile à plus de 130°C.

À très basse température, le UHMWPE est extrêmement tenace et sa résistance à l'impact est excellente. Il est souvent employé comme joint d'étanchéité dans les centrales nucléaires où la température dans les pompes pour l'hydrogène liquide peut baisser jusqu'à -253°C [14].

La conductivité thermique du UHMWPE comme pour la plupart des thermoplastiques est très basse. Celle-ci peut être améliorée avec l'addition de poudres métalliques comme le carbone [14].

II-1-4 La masse moléculaire

Les valeurs les plus importantes pour caractériser les propriétés du UHMWPE sont le poids moléculaire et la den-

sité. Beaucoup de propriétés mécaniques du UHMWPE comme la contrainte ultime, la rigidité en torsion et en flexion dépendent particulièrement de la densité; tandis que la ténacité, spécialement à basse température, la résistance à l'usure, la stabilité dimensionnelle sous la chaleur et la résistance au craquement dépendent surtout du poids moléculaire. Le Tableau 2.3 montre un exemple de la variation de la contrainte d'écoulement avec le poids moléculaire du UHMWPE [12,14].

L'augmentation de la masse moléculaire du UHMWPE engendre aussi l'augmentation des propriétés physiques importantes comme la capacité d'absorption d'énergie à taux de chargement élevé, la contrainte ultime à haute température et aussi la résistance au craquement [14]. Cependant, la résistance à l'impact décroît comme on peut le remarquer au le Tableau 2.3.

La masse moléculaire a aussi une importante influence sur la viscosité du matériau à la température de fusion qui est un facteur très important pour la thermoformabilité [14].

	<u>Hostalen GUR</u>			
	<u>412</u>	<u>413</u>	<u>415</u>	<u>LP</u>
Poids moléculaire (g/mol x 10 ⁶)	3.5	4	5	7
Viscosité intrinsèque (dl/g)	24	30	36	42
Limite d'écoulement (N/mm ²)	0,25	0,40	0,58	0,70
Densité (g/cm ³)	0,936	0,934	0,932	0,928
Contrainte ultime (120°C) (N/mm ²)	21	23	25	28
Résistance à l'impact avec 15 V-notch (mJ/mm ²)	160	140	100	80
Résistance à l'abrasion	100	90	80	65

Table 2.3 - Variations des propriétés du UHMWPE avec la masse moléculaire

II-1-5 Description du matériau utilisé

Les feuilles commerciales de UHMWPE ont été fournies par la compagnie SOLIDUR. Deux types de compositions sont étudiées. La première composition est de la poudre blanche GUR-415 de American-Hoechst Corp., lot #855554. La deuxième est du GUR-41, mélangé avec 0.5% en poids de noir de carbone Vulcan.

Les deux compositions seront désignées respectivement comme matériau A et matériau B pour simplifier leurs appellations. Les feuilles de UHMWPE ont été tranchées par le producteur à partir des blocs de 1.5 po (3.8 cm) d'épaisseur moulés par compression. Ces feuilles sont de dimension 30 po (76.2 cm) x 40 po (101.6 cm) et possèdent deux épaisseurs nominales différentes soient 1/16 po (1.6 mm) et 1/8 po (3.2 mm). Des mesures précises faites sur 17 feuilles donnent des moyennes d'épaisseur suivantes: 0.077 po (1.77 mm) avec une écart type de 9% et 0.133 po (3.38 mm) avec une écart type de 7%.

En tranchant, la lame laisse sur les feuilles des rainures non uniformes de l'ordre de 35 microns en moyenne. Ses lignes d'imperfection sont utilisées comme repère pour désigner la direction principale des feuilles. Cependant, il faut noter que comme ces feuilles proviennent de blocs

moulés par compression, il n'y a aucune orientation préférentielle dans le matériau.

II-2 PROCÉCURES EXPÉRIMENTALES

Dans le but de déterminer les conditions de formabilité du UHMWPE, les feuilles de ce matériau ont été examinées et testées de plusieurs façons. Les expériences sont divisées en trois parties comme suit:

- tests préliminaires sur les feuilles de UHMWPE,
- essais de thermoformage de gobelet,
- vérification des propriétés du gobelet thermoformé.

II-2-1 Tests préliminaires sur les feuilles de UHMWPE

II-2-1-1 Introduction

Dans le but de connaître le comportement du matériau à haute température avant de procéder aux essais de thermoformage, des expériences ont été faites sur les échantillons des feuilles A et B.

- test de retrait libre,
- test d'étirement à haute température
- test de traction uniaxiale à diverses températures.

II-2-1-2 Test de retrait libre

Nous savons qu'une orientation dans la structure moléculaire de la feuille de plastique ou une contrainte résiduelle due au procédé de fabrication peut causer des difficultés dans la phase de formage: une déformation non uniforme, un retrait élastique élevé de la pièce finie, un déchirement de la feuille [2].

Chauffer la feuille de plastique jusqu'à sa température de fusion est un moyen facile permettant d'observer ces phénomènes. La feuille sous haute température va se déformer si elle a une direction préférentielle.

Procédure:

Des disques circulaires de 20 cm de diamètre sont coupés à partir des feuilles des matériaux A et B des deux épaisseurs 1/16 po et 1/8 po. Des cercles de 1 cm de diamètre sont tracés sur les disques tel que montré à la Figure 2.4, dans les directions parallèles et perpendiculaires aux lignes de coupes des feuilles. Ces marques servent pour mesurer les déformations des disques.

Les disques sont placés dans un four à convection sur des billes métalliques de façon à laisser libre le déplacement dans toutes les directions.

Les disques ont été gardés dans le four pendant 1 h à une température constante de $145 \pm 3^{\circ}\text{C}$. À la sortie du four, les disques sont laissés à la température de la pièce, 25°C , jusqu'à refroidissement complet.

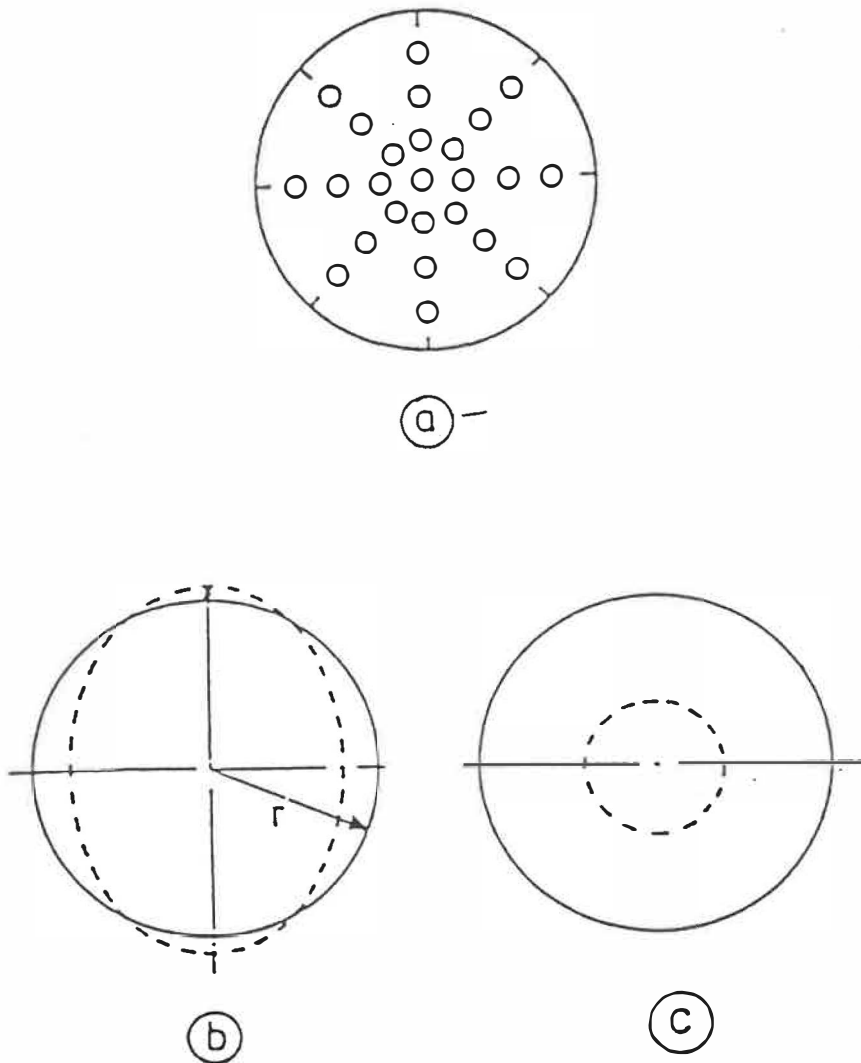


Figure 2.4 - a) Préparations faites sur un disque de 20 cm de diamètre pour le test de retrait libre.

b,c) Les déformations possibles par contrainte thermique.

II-2-1-3 Comportement à haute température

Ce test a pour but de cerner approximativement la zone de température de formage et d'étudier le comportement du matériau UHMWPE sous différents types de déformation uniaxiale faite manuellement. L'observation visuelle est utilisée pour noter le comportement de la feuille de plastique à haute température.

Procédure:

Des échantillons rectangulaires de dimension 15 cm x 5 cm ont été coupés dans les feuilles des matériaux A et B des deux épaisseurs. Ensuite, ces plaques sont fixées sur des mors en bois de façon à n'exposer qu'une surface (5 cm x 5 cm) libre pour le chauffage (Figure 2.5).

Le montage est installé sur un cadre mobile d'une machine de thermoformage à chauffage par convection. Un thermocouple est fixé à la surface de la feuille de plastique. Une fois l'installation complétée, l'échantillon est glissé dans le four de chauffage et gardé pendant un certain temps déterminé et chronométré.

À la sortie du four, la plaque de UHMWPE est étirée manuellement uniaxialement de différentes manières pour simuler différents types de déformation.

Feuille de UHMWPE (15cmx5cm)
avec lignes guides

Thermocouple

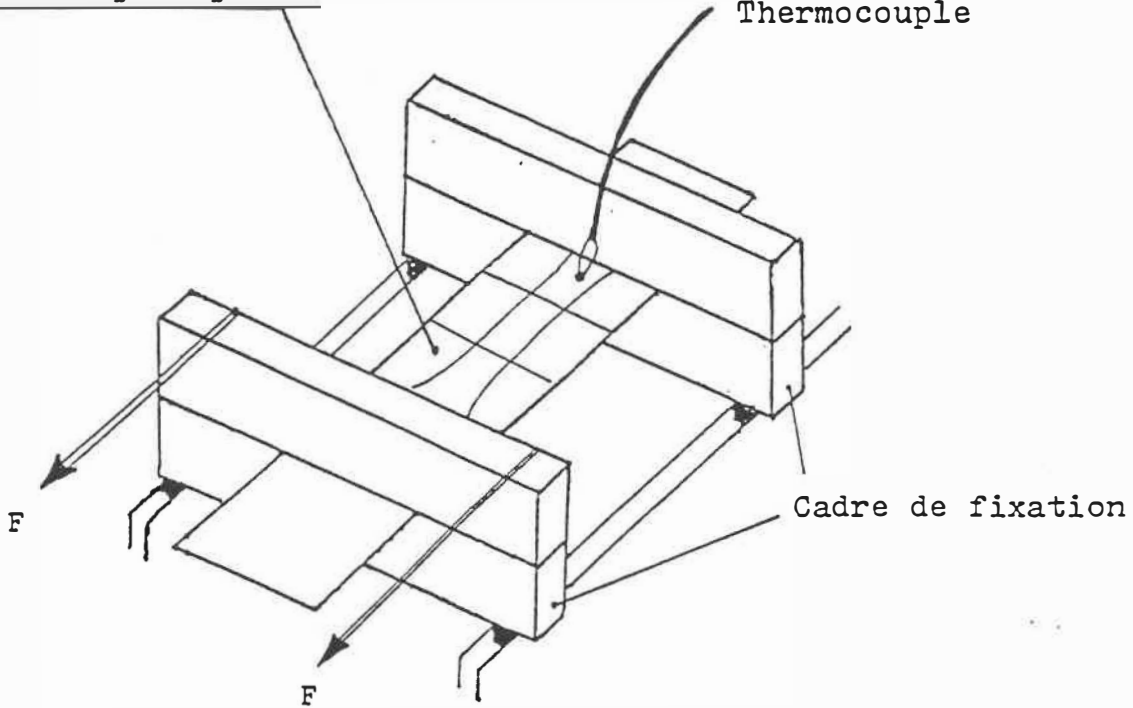


Figure 2.5 - Montage d'installation de la feuille de plastique pour les tests de comportement à haute température.

II-2-1-4 Test de traction uniaxiale à diverses températures

Les tests de traction uniaxiale à diverses températures, à déformation constante ou à force constante, sont souvent utilisés pour évaluer le comportement des matériaux pour le thermoformage [4,6,19]. Les graphiques du module d'élasticité vs température peuvent être utilisés pour déterminer la gamme de température de formage. La contrainte au seuil à une température donnée permet de prédire le rapport de formage possible à cette température [5,6,8].

Procédure:

Les tests de traction à déformation constante sont réalisés sur une machine à traction INSTRON modèle 1125 équipée d'une boîte chauffante INSTRON pour garder l'échantillon à la température désirée. L'éprouvette de type IV de la norme ASTM D638 est utilisée pour les tests. Celle-ci a une section constante de 25 mm par 6 mm de largeur et est estampée dans les feuilles de UHMWPE dans les deux directions principales. L'épaisseur des éprouvettes est mesurée en plusieurs points dans la section constante par un pied à coulisse de précision et la plus faible valeur est notée.

L'éprouvette est fixée entre les mâchoires après que le four ait préalablement atteint la température désirée.

La fixation de l'éprouvette dans les mâchoires de la machine doit être faite avec la plus grande précaution afin d'éviter certains phénomènes qui peuvent erroner les résultats des tests.

On doit éviter tout glissement relatif entre l'éprouvette et les mâchoires. Pour cela, on a utilisé un système de serrage pouvant exercer une pression uniformément répartie sur la surface de fixation de l'éprouvette. Les surfaces internes des mâchoires sont dentées ce qui permet de bien fixer l'éprouvette sans avoir à exercer une grande pression.

L'éprouvette est gardée dans le four pendant 5 minutes après la stabilisation de la température de celui-ci. Les tests précédents ont montré qu'avec un temps de chauffage plus long, à haute température, le matériau se dégrade par oxydation.

Pour chaque épaisseur de feuilles et pour les deux matériaux A et B, six tests sont réalisés, trois dans chaque direction principale. Pour ces tests, les vitesses de déformation de 200 mm/min et 500 mm/min ont été choisies. Ces vitesses sont conformes à la norme ASTM D638 pour les éprouvettes du type IV. La vitesse de déformation

200 mm/min est considérée comme représentative des conditions de thermoformage [5,8].

Pour mesurer la force d'étirement que subit l'éprouvette, la mâchoire mobile de la machine est attachée à une cellule de charge liée directement à la table traçante pour enregistrer la force en fonction du déplacement de la mâchoire mobile durant le test.

Deux thermocouples digitaux sont utilisés pour les tests: le premier est placé de façon à pouvoir mesurer la température dans la boîte chauffante et le deuxième thermocouple est en contact avec la surface de l'éprouvette.

II-2-2 Essais de formage de gobelet

II-2-2-1 Introduction

Les variables qui contrôlent la thermoformabilité d'un matériau peuvent être divisées en trois catégories:

- les variables de design
- les paramètres du matériau
- les variables du procédé

Les variables du design sont déterminées en accord avec les particularités du produit. Les paramètres du matériau sont spécifiques pour chaque matériau et ne peuvent être changés. Dans la pratique, les manufacturiers considèrent que les variables du procédé sont les plus importantes. Celles-ci sont toujours ajustées de façon à obtenir le maximum de productivité, au coût minimum. Beaucoup de recherches [2,3,15,16] ont utilisé le formage de gobelet pour évaluer la performance d'un plastique. Dans cette expérience, le formage de gobelet a pour but de vérifier les conditions de thermoformabilité du UHMWPE et de faire des ajustements. Les gobelets sont ensuite utilisés pour des tests de vérification de propriétés du produit.

Un procédé de thermoformage simple utilisé en laboratoire pour évaluation est illustré à la Figure 2.7. La machine de thermoformage se compose de quatre parties:

- les fixations
- les éléments chauffants
- le moule
- le circuit de vacuum

II-2-2-2 Les fixations

Les éléments de fixations ont pour but de garder la feuille de plastique en place pour les phases de chauffage et de formage. Les éléments de fixations se composent de deux cadres métalliques (58 cm x 45 cm) fermant l'un sur l'autre par des charnières. Les cadres sont montés sur des roues qui permettent de les glisser entre les éléments chauffants et de les ramener au-dessus du moule. Une plaque de bois avec une ouverture au milieu de 16 cm de diamètre est fixée sur chaque cadre pour n'exposer à la chaleur que la surface désirée de la feuille. Deux tiges permettent de bien aligner les deux cadres quand ils ferment l'un sur l'autre (Figure 2.6).

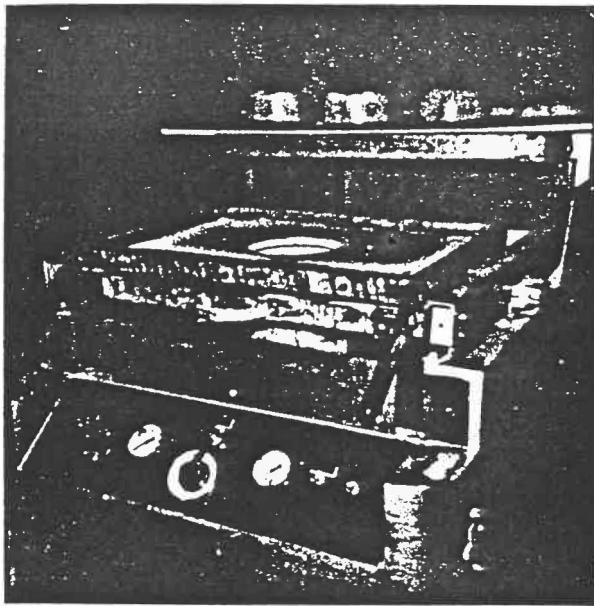
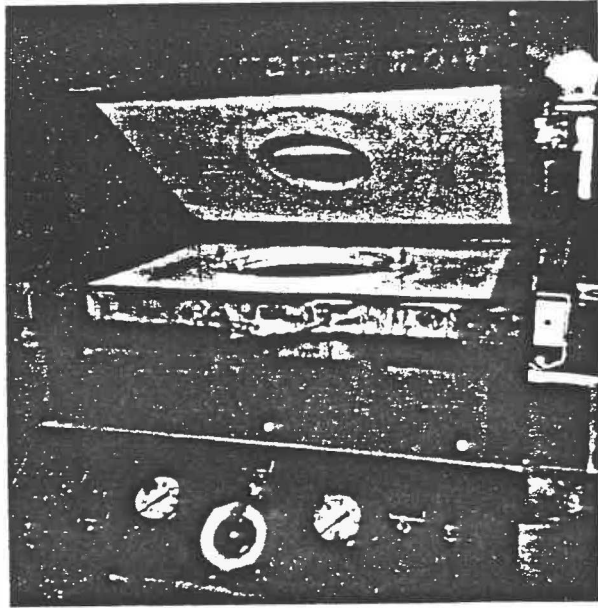


Figure 2.6 - La feuille de plastique est serrée entre des plaques de bois, seule une ouverture circulaire de 16 cm de diamètre expose la feuille au chauffage.

II-2-2-3 Les éléments chauffants

On utilise dans ce test le chauffage radiant à cause de son chauffage plus uniforme et plus en profondeur que le chauffage à convection. Comme montré à la Figure 2.7, les éléments chauffants par infrarouge sont placés respectivement à 15 cm et à 28 cm au-dessus et en-dessous de la feuille de plastique. Chaque élément a une puissance maximale de 3.5 Kw et une dimension de 40 cm x 60 cm ce qui donne 1.46 w/cm^2 à pleine puissance. Les éléments chauffants sont contrôlés par un rhéostat qui peut faire varier la puissance de chauffage de 0 à 100%.

La raison pour laquelle l'élément chauffant du bas est plus éloigné de la feuille est que l'air chaud s'élève et que la surface du dessous de la feuille a tendance à chauffer plus vite que celle du dessus. On balance cet effet en éloignant l'élément du bas.

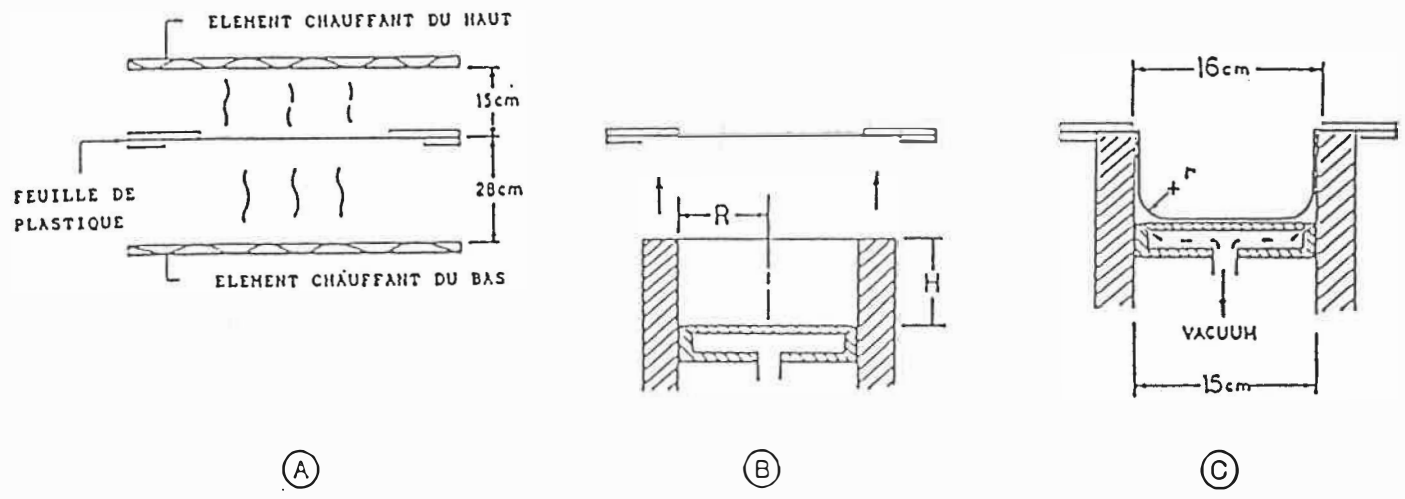


Figure 2.7 - Schématique de la machine de thermoformage et du moule.

II-2-2-4 Le moule

Nous utilisons un moule circulaire de 15 cm de diamètre avec un fond ajustable en hauteur pour avoir différents rapports de déformation. Le rapport de déformation DR est défini comme suit:

$$DR = \frac{h}{R}$$

où R = le rayon du moule, dans notre cas 7.5 cm

h = la profondeur du moule en cm

Pour notre moule, le fond peut être ajusté à 3.25 cm, 7.5 cm et 10.75 cm de profondeur. On peut donc obtenir des rapports de déformation de 0.5, 1.0 et 1.5 respectivement. Pour éviter l'effet de refroidissement trop rapide de la feuille de plastique, le moule est fait en bois.

Comme illustré à la Figure 2.8, le fond du moule, ou la partie mobile, comporte des trous d'environ 1 mm de diamètre qui sont reliés directement avec un réservoir à vide.

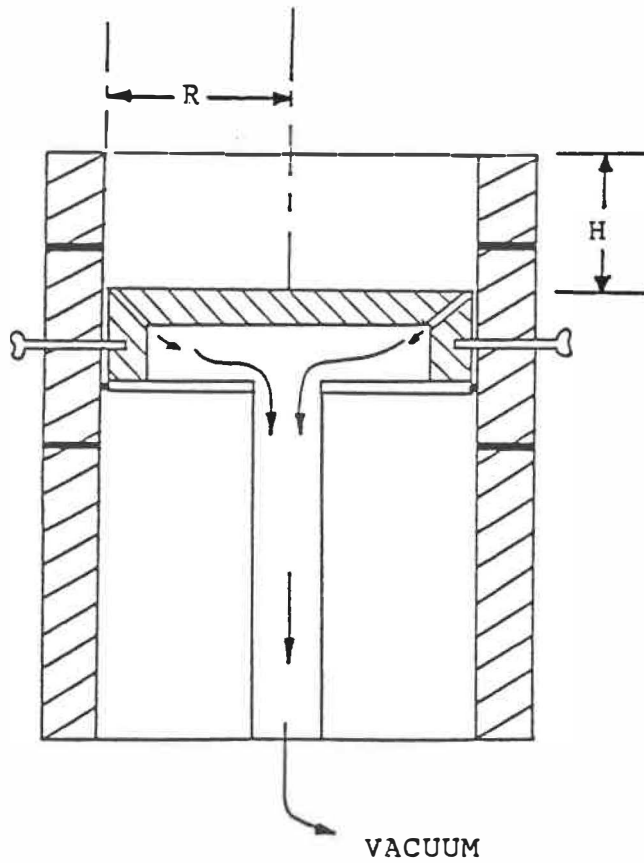


Figure 2.8 - Illustration du moule de thermoformage à fond ajustable en hauteur pour avoir différents rapports de déformation.

II-2-2-5 Le vacuum

Comme illustré sur la Figure 2.8, le vacuum est appliqué à travers le fond du moule pour former la feuille. La machine de thermoformage est équipée d'une pompe à vide de 7 pcm de capacité et d'un grand réservoir à vacuum. Avec cet équipement, on peut utiliser deux méthodes de formage. La première utilise le réservoir pour appliquer un vacuum constant et presque instantané sur la feuille de plastique. La deuxième utilise la pompe pour appliquer un vacuum graduellement de 0 à 23 po Hg, qui est la capacité maximum de la pompe. Le temps que prend la pompe pour atteindre ce vacuum avec le moule utilisé est d'environ 1 min. Nous avons appelé cette méthode vacuum variable (Vav.Hg)

II-2-2-6 Procédure

Des feuilles de dimension 31 cm x 31 cm sont coupées à partir des grandes feuilles des matériaux A et B des deux épaisseurs 1/16 po et 1/8 po. Une vérification au toucher permet d'éliminer les feuilles portant des défauts à la surface comme une ligne de coupe très profonde. Dans le but de pouvoir mesurer les déformations aux différents endroits sur le gobelet, des cercles de repère numérotés de 5 mm de diamètre et distancés de 1.5 cm sont marqués sur

chaque feuille suivant les deux directions principales comme montré à la Figure 2.9.

La feuille est placée entre les plaques de fixation en bois. Une fois que les deux plaques sont fermées ensemble, seule une ouverture circulaire de 16 cm de diamètre expose la feuille de plastique au chauffage, au-dessus comme en dessous tel que mentionné précédemment. Un thermocouple est utilisé pour prendre la température instantanée à la surface de la feuille.

Les éléments chauffants sont mis en marche 15 à 20 minutes avant le premier formage pour que la température de l'appareil soit stabilisée. Ainsi à chaque changement de puissance de chauffage, la période d'attente a été de 30 minutes.

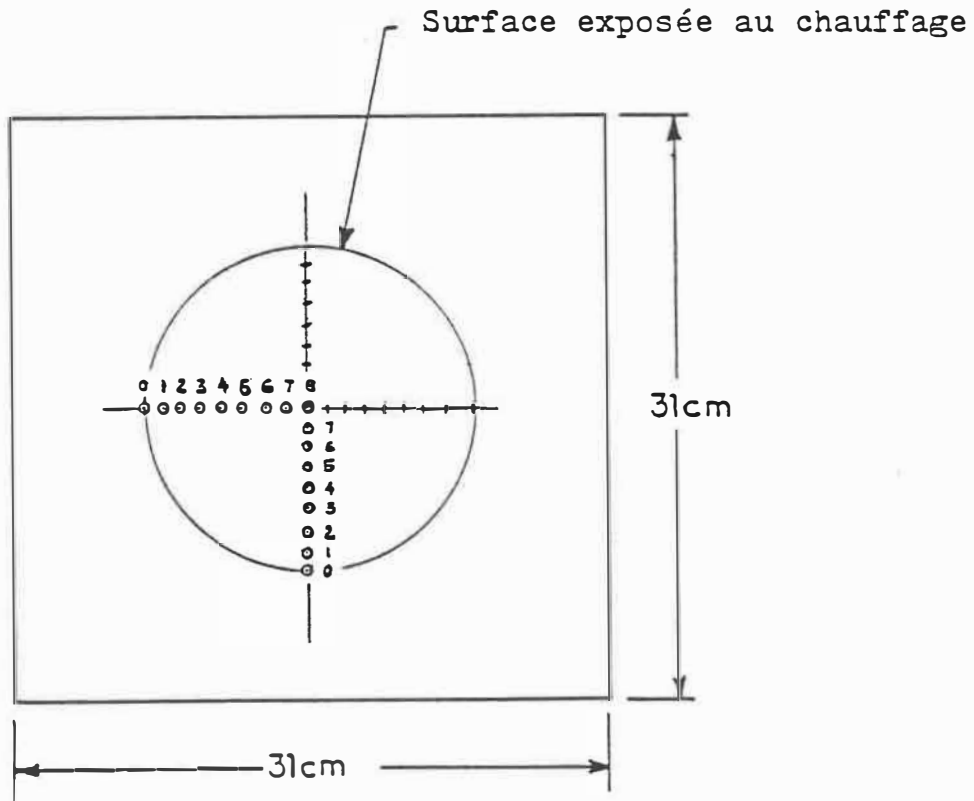


Figure 2.9 - Dimension de la feuille de plastique coupée pour le thermoformage de gobelets.

Une fois le chauffage stable, la feuille est glissée entre les deux éléments chauffants et la phase de chauffage commence. Quand la feuille a atteint la température désirée, celle-ci est sortie rapidement et placée au-dessus du moule. Un solénoïde actionne un cylindre pneumatique qui fait monter le moule et l'appui contre la feuille. Alors le vacuum est appliqué et gardé continuellement pendant le refroidissement du gobelet. Il faut noter que le moule est gardé à une température constante de 30°C avant le formage. Toutes les phases de l'essai de thermoformage sont chronométrées et les observations sont notées.

II-2-3 Tests sur les gobelets thermoformés

Les tests exécutés sur le produit thermoformé ou, dans le cas présent, le gobelet, ont pour but de mesurer les propriétés du matériau dans le produit fini. Étant donné que la qualité du produit est très sensible aux fluctuations des variables du procédé de thermoformage, les résultats de ces tests peuvent servir à optimiser les variables du procédé.

II-2-3-1 Retrait après le formage

Dans le but de mesurer le retrait du gobelet jusqu'à la température ambiante, des marques de mesure ont été faites sur le gobelet immédiatement après le formage. Les marques sont faites suivant les directions principales sur le fond du gobelet et sur les côtés.

Les mesures ont été prises par intervalles de 15 minutes à la température ambiante. Ensuite les observations sont notées à chaque jour jusqu'à un maximum de quatre jours.

II-2-3-2 Stabilité dimensionnelle

La forme et les dimensions du gobelet thermoformé sont établies par le moule. Les changements qui peuvent se produire avec le temps ou la température dépendent soit des propriétés du matériau utilisé soit de la méthode de thermoformage ou d'une combinaison des deux. Ce test a pour but de vérifier l'effet des contraintes internes et d'observer le comportement du produit (gobelet) lorsqu'on remonte en température.

Procédure:

Les gobelets sont placés dans les conditions atmosphériques standard du laboratoire à $\approx 23^{\circ}\text{C}$ et 50% d'humidité relative suivant la norme ASTM D618 pour au moins un jour. Les lignes de mesure en mm et en cm sont marquées sur le gobelet comme indiqué à la Figure 2.10.

Les gobelets préparés sont placés dans un four préalablement chauffé à une température donnée et gardée constante pendant 24 h. Par la suite, les gobelets sont laissés à refroidir complètement à la température de la pièce. Les mesures sont prises et les observations sont notées.

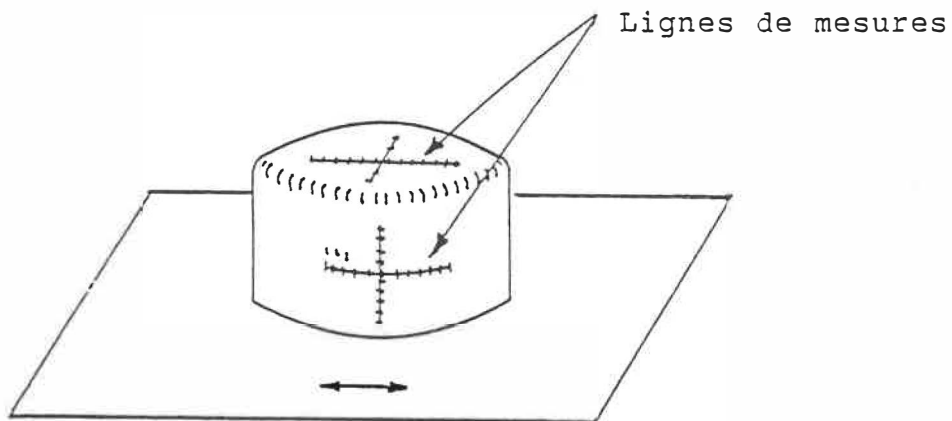


Figure 2.10 - Préparations faites sur le gobelet pour les tests de stabilité dimensionnelle.

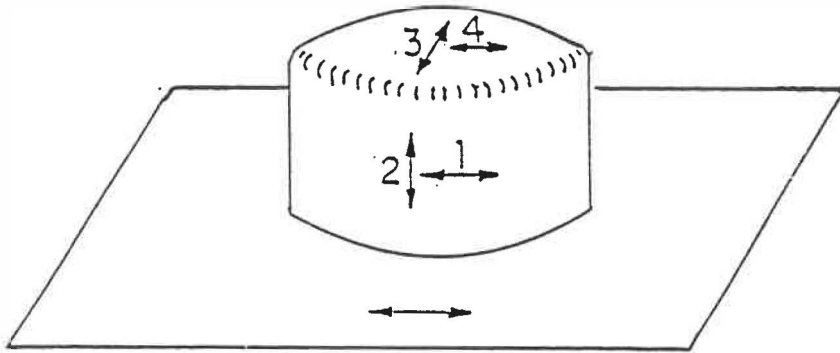


Figure 2.11 - Les directions de tests sur le gobelet.

II-2-3-3 Comparaison des propriétés du matériau avant et après thermoformage

Ce test a pour but de comparer les propriétés du matériau avant et après le thermoformage. Les propriétés suivantes sont comparées:

- contrainte au seuil
- contrainte à la rupture
- élongation à la rupture

Procédure:

La Figure 2.11 montre un gobelet et les quatre localisations où les échantillons sont coupés pour évaluer les propriétés du thermoformé. À cause des dimensions et les surfaces limitées du gobelet, nous choisissons la micro-éprouvette à traction suivant la norme ASTM D-1708-84. Cette éprouvette, dont la section de contrainte est de 22 x 4.75 mm, est recommandée pour les tests de comparaison seulement. Quatre éprouvettes sont estampées à partir des échantillons coupés du gobelet. Deux sur les côtés et deux sur le fond du gobelet. Des micro-éprouvettes sont aussi estampées à partir des feuilles des matériaux originaux pour comparaison. Les micro-éprouvettes sont placées dans les conditions standard du laboratoire conformément à la norme ASTM D618 un jour avant les tests.

La machine utilisée pour ce test est la même que celle utilisée pour les tests de traction à température variable décrite précédemment mais sans la chambre chauffante. Les procédures d'installation de l'éprouvette entre les mâchoires sont les mêmes.

CHAPITRE III
OBSERVATIONS ET RÉSULTATS

L'observation visuelle est le moyen le plus simple et le plus économique pour évaluer globalement le comportement d'un matériau. Par des observations visuelles, on peut détecter certains défauts, malformations sur les surfaces extérieures de mêmes que les changements de couleurs du matériau lors des tests.

III-1 TEST DE RETRAIT LIBRE

Pour l'épaisseur 1/16 po:

- Quatre minutes après la mise dans le four à $145 \pm 3^{\circ}\text{C}$, le matériau A de couleur blanche opaque devient clair, ce qui signifie la fusion des cristaux et la surface devient lisse.

- Après 6 minutes de chauffage, la feuille ondule un peu, mais le matériau garde sa forme et ne s'écoule pas.

- Aucun changement n'est noté pendant le temps restant de chauffage sauf que le matériau A a maintenant une couleur jaunâtre.

- À la sortie du four, on peut noter que la surface des deux matériaux A et B a fondu un peu et devient lisse, les lignes de coupe ne se voient presque plus.

- Les mesures relevées sur les disques n'ont pas montré de signes de déformation significative, on peut conclure que les feuilles des matériaux A et B ne possèdent pas d'anisotropie.

III-2 COMPORTEMENT À HAUTE TEMPÉRATURE

Les tests ont été faits à des températures variant de 110°C à 180°C \pm 3°C par des augmentations de 10°C. Le temps de maintien de la plaque dans le four à une température constante varie de 1 à 7 minutes: après le chauffage, les plaques de plastique sont soumises manuellement à trois types de déformation:

- l'étirement rapide et brusque
- l'étirement lent
- l'étirement graduel

Les observations sont notées pour les deux matériaux A et B, les deux épaisseurs et dans les deux directions principales:

Épaisseur 1/16 po:

- Les plaques de plastique du matériau A commencent à devenir claires quand la température, mesurée à la surface, atteint 130°C et la transformation se complète vers 145°C.
- Il est très difficile d'obtenir une déformation permanente si la température de chauffage est en-dessous de 135°C.
- Les déformations sont difficiles pour les températures entre 135°C et 170°C si le temps de maintien est plus court que trois minutes.
- L'étirement rapide et brusque n'est possible que si la plaque est chauffée à 180°C et maintenue pendant au moins quatre minutes.
- À partir de 145°C, si le temps de chauffage est plus long que six minutes, le matériau A devient jaunâtre. Cette décoloration est due à l'oxydation du matériau.
- Les meilleures déformations sont obtenues avec un étirement graduel et pour une température entre 140°C et 160°C et un temps de maintien de quatre à six minutes.

- Les directions principales n'ont pas influencé les comportements des matériaux A et B.
- Le matériau B nécessite un temps de chauffage moins long que le matériau A.

Épaisseur 1/8 po:

- Étirement très difficile dans toutes les conditions de tests. Les plaques montrent un retrait élastique très élevé. On peut conclure que cette épaisseur est trop grande pour le thermoformage sous vide seulement.

III-3 TESTS DE TRACTION UNIAXIALE À TEMPÉRATURE VARIABLE

Les températures de l'expérience sont: 30° C, 60° C, 90° C, 100° C, 110° C, 120° C, 130° C, 140° C, 150° C et 160° C à \pm 2° C et les courbes de tractions types pour les matériaux A et B sont présentées aux Figures 3.1 a) et b) pour l'éprouvette du type IV, les élongations se rendent à la limite de la boîte chauffante à 525% pour les températures de 30° C à 140° C. Testée à 150° C, l'élongation maximale des éprouvettes ne dépasse jamais 300%. Les propriétés du matériau relevées sur les tests de tractions à températures variables sont: le module d'élasticité, la contrainte au seuil et la contrainte à la limite d'élongation ou à 525% qui représente la limite imposée par la boîte chauffante. Un

matériau possède une bonne caractéristique pour le thermoformage si sa courbe de traction à la température de formage contient une région de fluage assez grande. Cette région de fluage correspond au phénomène d'écoulement en filament d'où le matériau s'étire avec une contrainte constante.

À la Figure 3.1, à la température de 30°C, les matériaux A et B s'étirent jusqu'à la limite de la boîte chauffante et possèdent la même contrainte au seuil à 22 MPa. De 120°C à 130°C, le travail requis pour atteindre l'élongation limite, représenté par la surface sous la courbe de traction, a diminué de plus de la moitié. À partir de 130°C, les contraintes au seuil des deux matériaux ne se manifestent que tardivement vers 200% d'élongation et d'une façon beaucoup moins évidente que pour les températures plus basses. Les courbes de traction dans cette région de température ont la même allure. Ces courbes montrent une région de fluage très grande et une tendance à l'écoulement en filament. Les tests de traction réalisés au taux d'étirement le plus élevé soit 500 mm/min ne changent pas les comportements et les propriétés des matériaux. La tendance d'un écoulement en filament à partir de 130°C est toujours observée. Aucune différence de comportement n'a été notée suivant les deux directions principales des feuilles de UHMWPE.

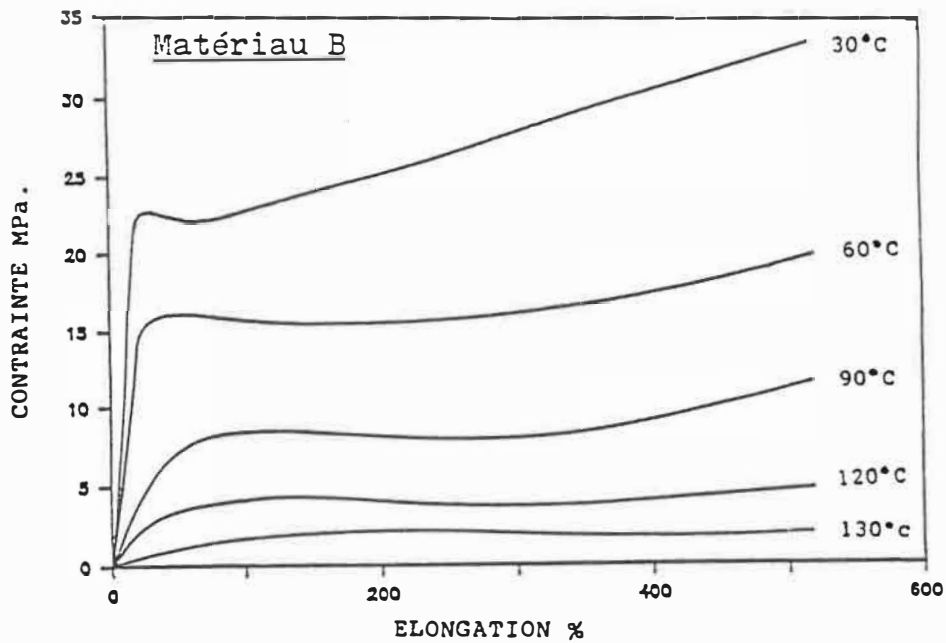
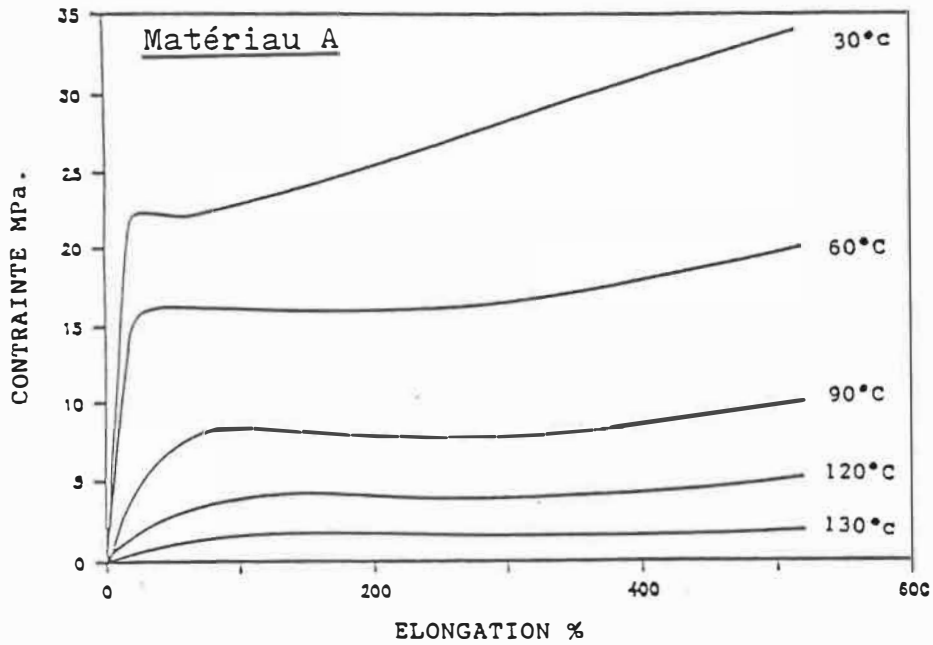


Figure 3.1 a) - Courbes de contrainte vs élongation pour les deux matériaux aux différentes températures 30°C-130°C.

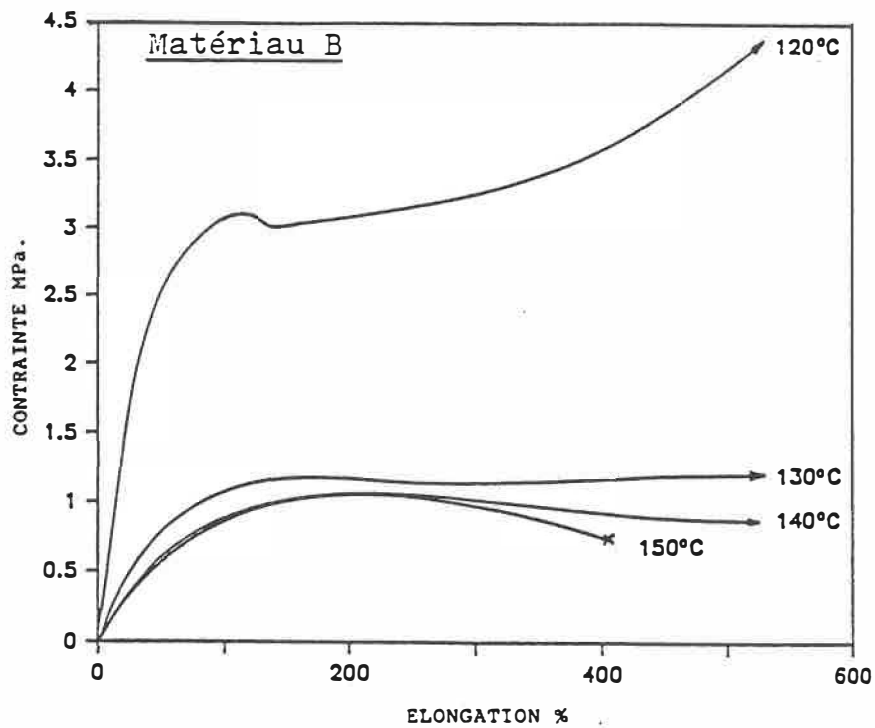
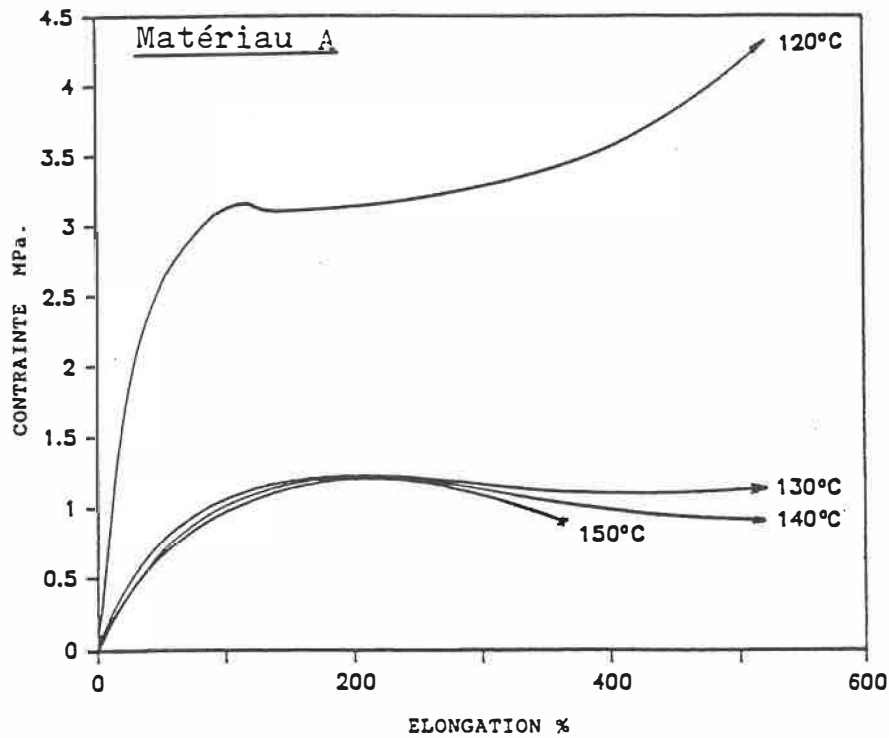


Figure 3.1 b) - Courbes de contrainte vs élongation pour les deux matériaux aux différentes températures 120°C-150°C.

La Figure 3.2 montre la variation du module d'élasticité et de la contrainte au seuil avec la température. Chaque point présenté sur les graphiques est une moyenne évaluée sur six échantillons: trois dans chaque direction principale et ceci pour chacun des deux matériaux A et B. Pour les deux matériaux, la contrainte au seuil et le module d'élasticité chutent rapidement quand la température augmente de 30°C à 130°C. La chute est en moyenne de 18 MPa/10°C pour les deux matériaux A et B. Mais à partir de 130°C, les deux variables ne sont presque pas diminuées.

Les tests de tractions à haute température nous ont permis d'estimer que la gamme de température de thermoformage des matériaux A et B se situe de 130°C à 160°C. Cette gamme de température pour le UHMWPE est beaucoup moins grande que celles des matériaux pour lesquels le procédé de thermoformage est bien établi comme l'ABS ou le PS par exemple. La présence de 0.5% poids de poudre de carbone dans le matériau B, qui donne au UHMWPE la couleur noire, ne change pas le comportement du matériau.

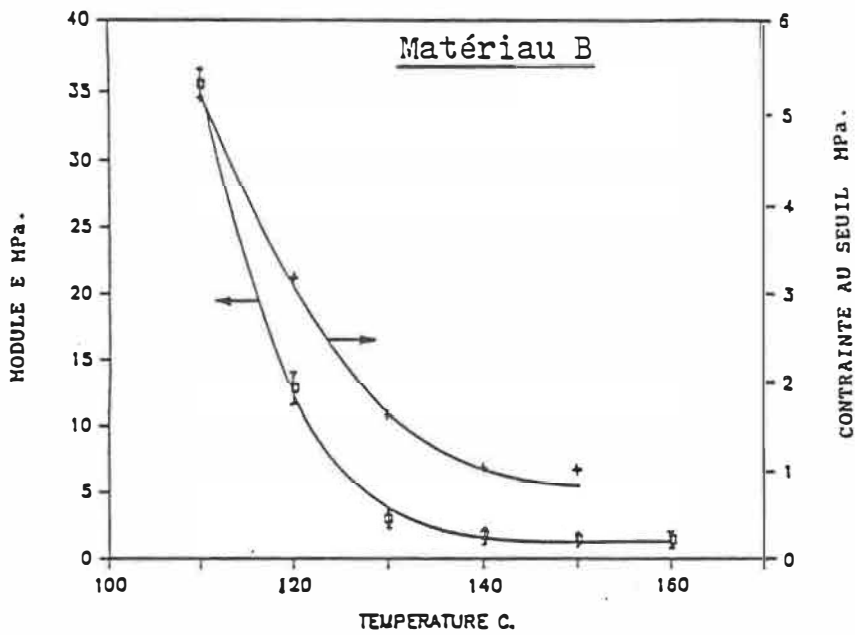
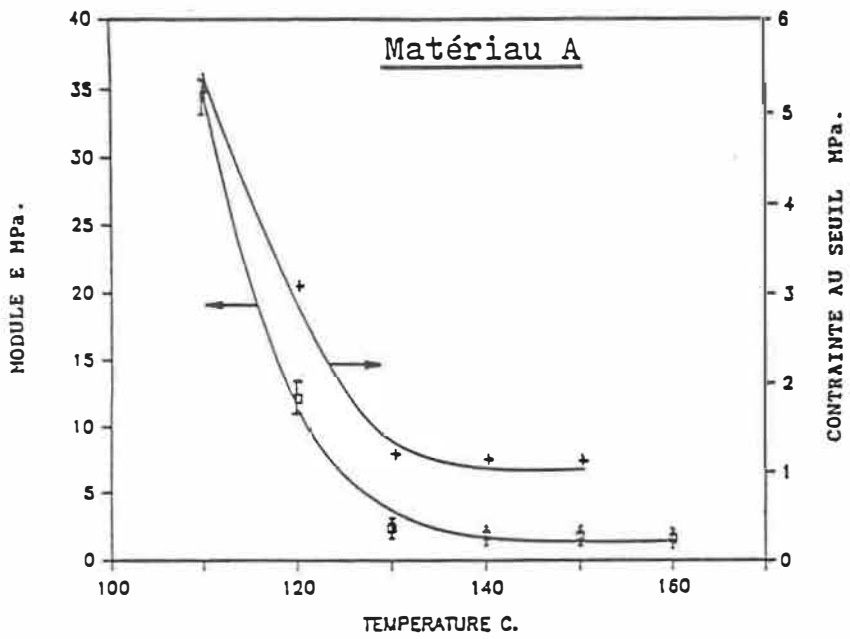


Figure 3.2 - Variation du module d'élasticité et de la contrainte au seuil avec la température.

III-4 FORMAGE DE GOBELETS

Les tests précédents ont pu cerner la région de température thermoformable du UHMWPE de 130°C à 160°C. Une déformation graduelle devrait mieux étirer le matériau. Pour les essais de thermoformage de gobelets, nous avons testé les variables suivantes:

- température de chauffage à: 130°C, 140°C, 145°C,
150°C, 155°C et 160°C.
- capacité de chauffage à: 70%, 90% et 100%
- le vacuum à 5"Hg, 10"Hg, 13"Hg et Var.Hg

Les observations sont divisées en deux parties: la phase de chauffage et la phase de formage.

III-4-1 Phase de chauffage

Pour le matériau A, quand la température à la surface du matériau atteint 130°C, des taches transparentes apparaissent sur la feuille et se propagent. La totalité de la feuille est devenue transparente vers 140°C. Ce phénomène est visible seulement pour le matériau A de couleur blanche. Mais pour les deux matériaux, nous remarquons que l'augmentation de la température est plus lente entre 130°C et 150°C. À 140°C, la feuille de UHMWPE ondule un peu au début puis s'étire vers le bas dû à son poids.

Si on laisse la feuille chauffer à une température de 160°C et plus, la surface devient brillante et le matériau A de couleur blanche devient jaunâtre, indiquant une dégradation.

Pour l'épaisseur de 1/8 po, le temps de chauffage pour atteindre la température désirée est beaucoup plus long, la feuille n'ondule pas à haute température et ne s'étire pas sous son poids.

III-4-2 Phase de formage

À la sortie des éléments de chauffage, le moule est monté et appuyé sur la feuille chaude. Immédiatement, le vacuum est appliqué et la feuille est forcée vers le bas en épousant la forme du moule. Les parties qui entrent en contact avec le moule ne se déforment plus. La Figure 3.3 montre le schéma de déformation de la feuille pour les rapports de déformation de 0.5 et 1.5.

La déformation est très rapide et même instantanée au début, mais elle ralentit pour finalement devenir très difficile quand le matériau est forcé pour épouser le coin du moule.

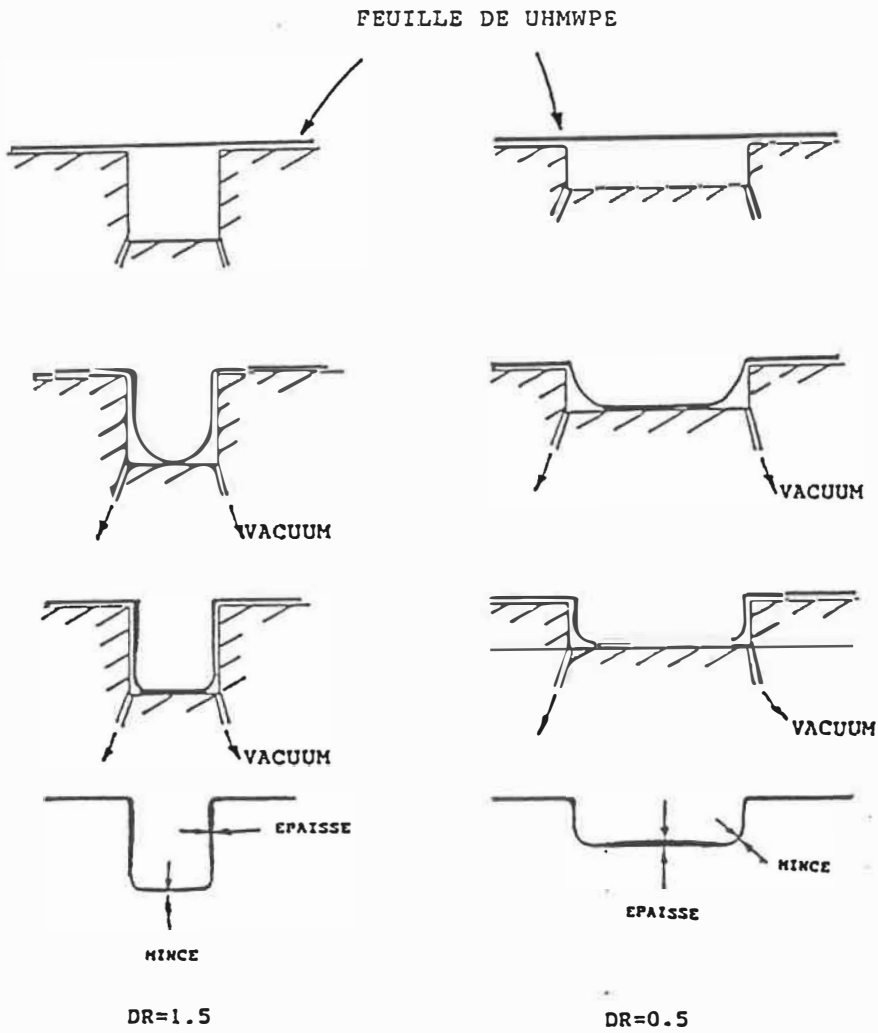


Figure 3.3 - Schéma de déformation d'une feuille de UHMWPE pour les rapports de déformation de 1.0 et 0.5.

Avec l'application des forces de vacuum constantes et instantanées de 5"Hg, 10"Hg et 13"Hg, la feuille de UHMWPE subit une grande déformation très rapide au début, mais la déformation ou le formage s'arrête brusquement avant même que la feuille ait pu toucher le fond du moule.

Avec l'application d'une force de vacuum instantanée plus grande que 13"Hg, la feuille de UHMWPE éclate à cause d'un étirement trop rapide. Les thermoformages sont réussis seulement avec l'application d'un vacuum progressif, c'est-à-dire, que la feuille épouse mieux le fond du moule. Un vacuum progressif permet au matériau de se déformer graduellement et évite la rupture.

Des observations ont montré que le thermoformage est le mieux réussi lorsque la température de chauffage se situe entre 135°C et 155°C. Chauffer plus haut que cette limite cause une rupture de la feuille dans la phase de déformation.

Pour l'épaisseur de feuille de 1/8 po, il n'est pas possible de thermoformer avec le vacuum seulement, il faudrait également déformer la feuille mécaniquement.

III-4-3 Résultats

Les résultats des essais de thermoformage de gobelets sont présentés sur le Tableau 3.4. Ses résultats ont été obtenus avec des combinaisons des variables suivantes:

- la température: de 130° C à 160° C
- la puissance de chauffage: 70%, 90% et 100%
- la force de vacuum de 5"Hg, 10"Hg, 13"Hg et variable Hg

Chaque combinaison de variables est expérimentée quatre fois. Le thermoformage est considéré réussi si trois essais sur quatre réussissent.

Les causes de défaillance des essais peuvent être dues à:

- Un chauffage insuffisant: la feuille de plastique se déforme au début de l'application du vacuum mais très peu et elle redevient plate par retrait élastique en refroidissant.
- Le matériau est trop chauffé: la feuille ne peut supporter un taux d'application de contrainte trop grand dû au vacuum et s'éclate.

- Le chauffage est trop lent: le matériau se dégrade par oxydation à haute température, le matériau A devient jaunâtre.

- Les empreintes laissées par des lames sur la feuille de matériau sont trop profondes et la feuille se déchire quand le vacuum est appliqué.

- Un vacuum instantané trop fort: la feuille s'éclate tout de suite.

Puissance de chauffage (%)	Température deg. C	Force de vacuum po.Hg	Rapport de déformation		
			0.5	1.0	1.5
7.	135	13	X	X	X
		Var.	X	X	X
	145	13	X	X	X
		Var.	0	X	X
	155	13	X	X	X
		Var.	0	0	X
90	135	13	X	X	X
		Var.	X	X	X
	145	13	0	X	X
		Var.	0	0	0
	155	13	0	X	X
		Var.	0	0	0
100	135	13	X	X	X
		Var.	X	X	X
	145	13	0	X	X
		Var.	0	0	X
	155	13	X	X	X
		Var.	0	0	X

Table 3.4 - Résultats des essais de thermoformage de gobelets.
X - non réussi
0 - réussi

Des gobelets thermoformés sont gardés pour des études plus avancées. Ces gobelets sont produits avec les caractéristiques suivantes:

- température de chauffage à 155° C
- le chauffage à 70%, 90% et 100% de sa capacité
- rapport de déformation

Grâce à des marques faites sur les feuilles de plastique avant le formage, il est possible d'examiner la variation de l'épaisseur sur le gobelet. Il existe deux techniques pour mesurer l'épaisseur.

- Mesures destructives: Il s'agit de couper le gobelet en deux suivant les directions marquées et ensuite, de mesurer l'épaisseur à des endroits spécifiques à l'aide d'un pied à coulisse. Cette technique a le désavantage d'être très localisée.
- L'autre technique de mesure consiste à mesurer les déformations des cercles marqués sur la feuille. Après le formage, les cercles, initialement de 5 mm de diamètre ρ deviennent des ellipses d'axes α et B. Les déformations locales sont alors définies par α/ρ et B/ρ . Avec l'hypothèse du volume constant, l'épaisseur du gobelet à cet endroit peut être calculée par la relation:

$$\frac{t_0}{t} = \frac{(\alpha \times B)}{\rho^2}$$

t_0 = l'épaisseur initiale

t = l'épaisseur finale

En utilisant cette relation, les résultats de la variation de l'épaisseur suivant le profil du gobelet pour le rapport de déformation de 1.0 sont présentés aux Figures 3.5. Ces résultats sont pour la température de chauffage de 155°C, les puissances de chauffage sont à 70%, 90% et 100% successivement et pour les autres types de vacuum.

Sur ces figures, on remarque la position des flèches horizontale et verticale. La flèche horizontale indique la dernière position sur le gobelet où le matériau touche encore les côtés du moule et la flèche verticale, la première position où le matériau touche le fond du moule. Plus ces deux flèches sont proches l'une de l'autre, mieux le formage est réussi, c'est-à-dire que le rayon au fond du gobelet est petit. Pour les formages où le gobelet ne touche pas le fond du moule, les flèches ne sont pas indiquées. Ses résultats montrent que l'utilisation de vacuum progressif est un moyen efficace pour thermoformer le UHMWPE.

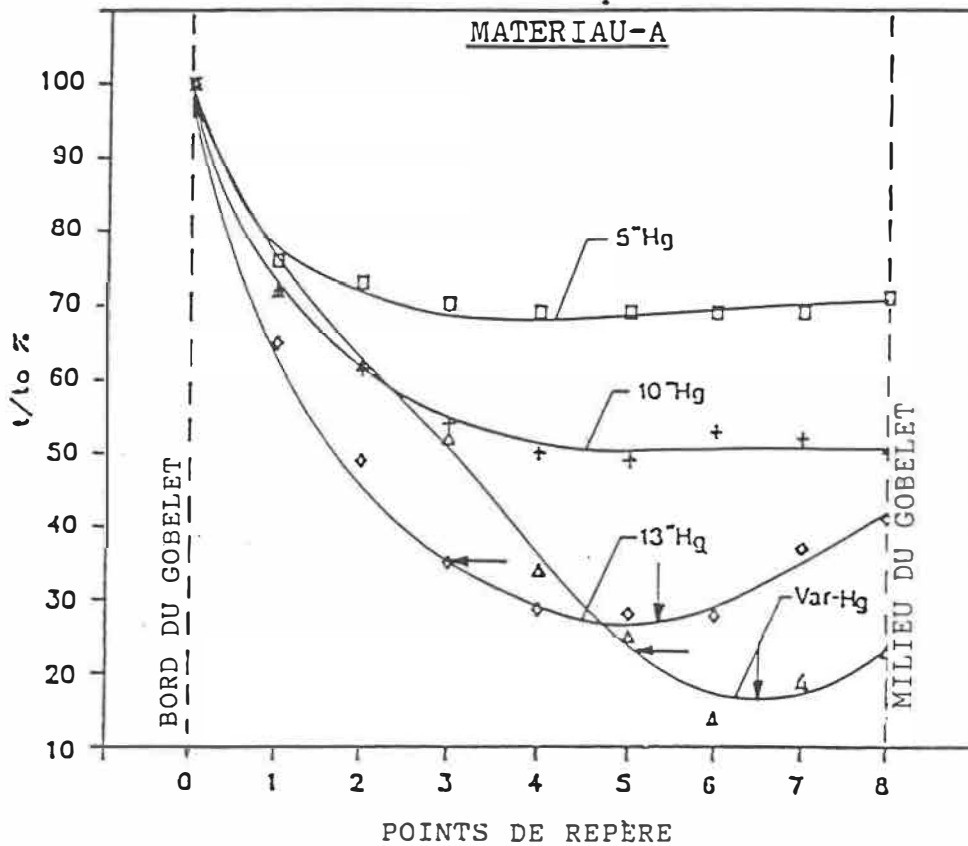


Figure 3.5 - Mesures typiques de l'épaisseur du gobelet par rapport au matériau d'origine à des points de références sur le gobelet avec différentes forces de vacuum et DR 1.0

a) 70% de puissance de chauffage

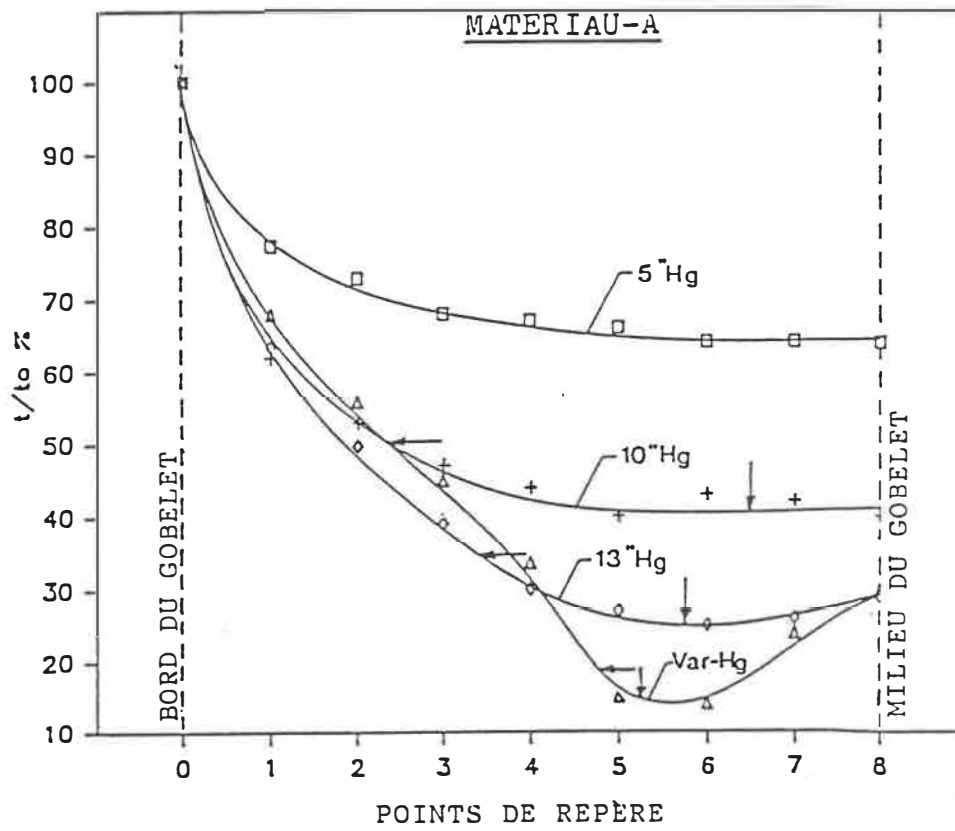


Figure 3.5

b) 90% de puissance de chauffage

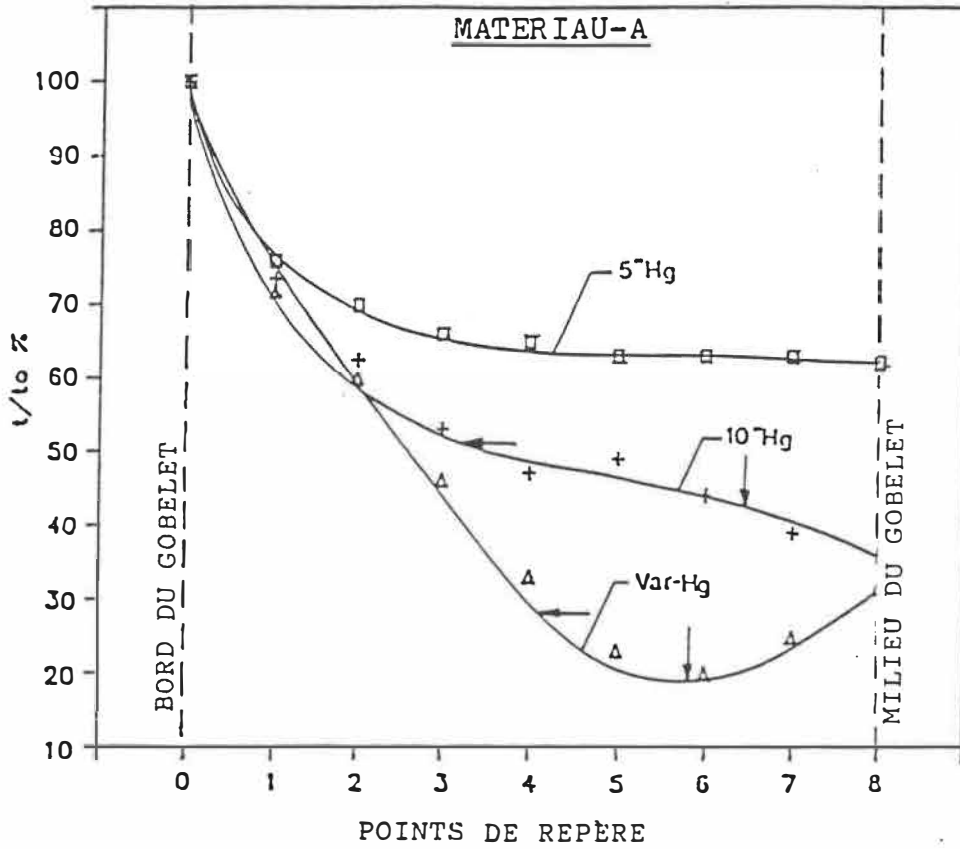


Figure 3.5

c) 100% de puissance de chauffage

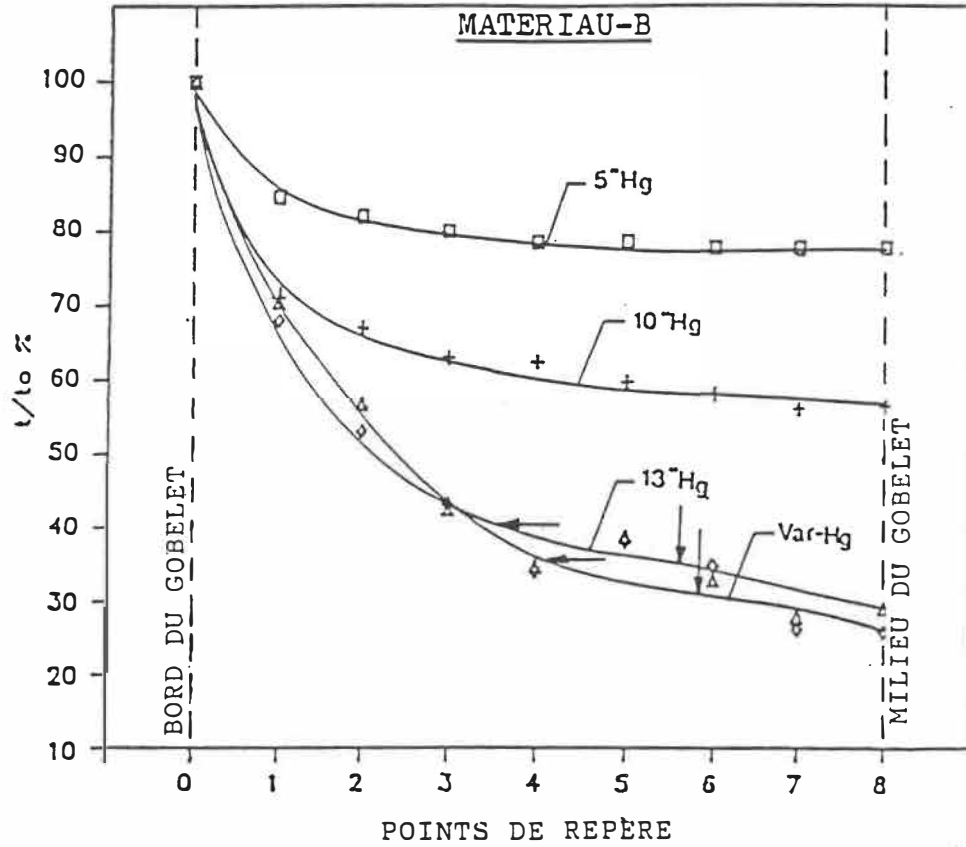


Figure 3.5

d) 70% de puissance de chauffage

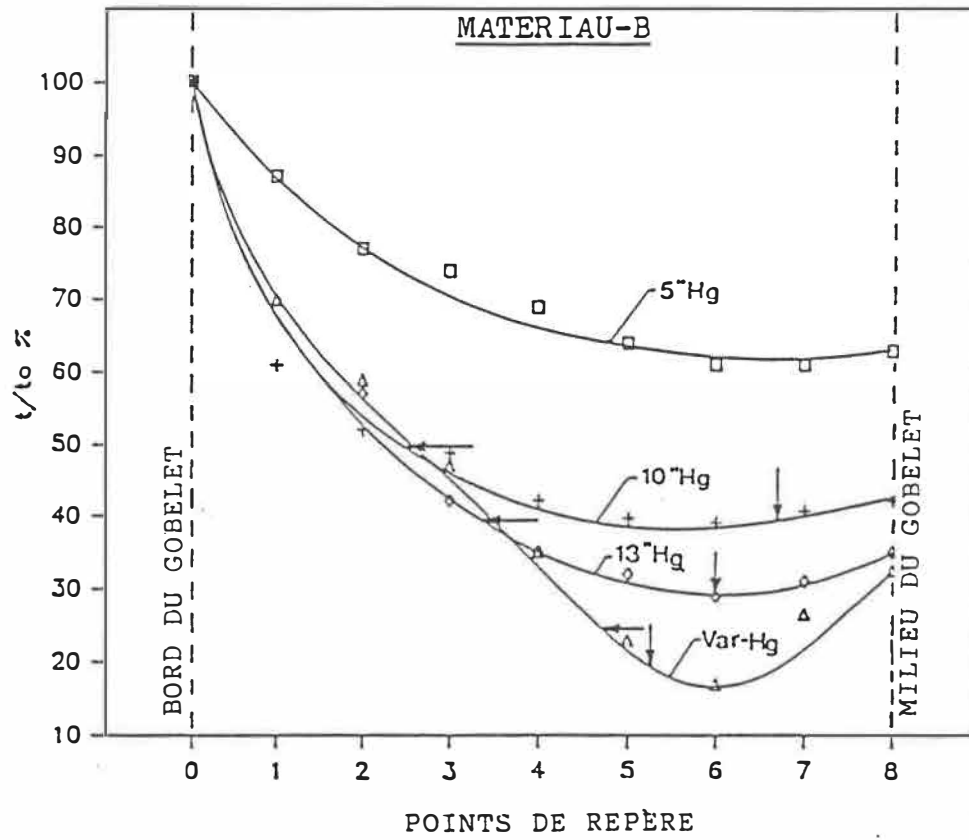


Figure 3.5

e) 90% de puissance de chauffage

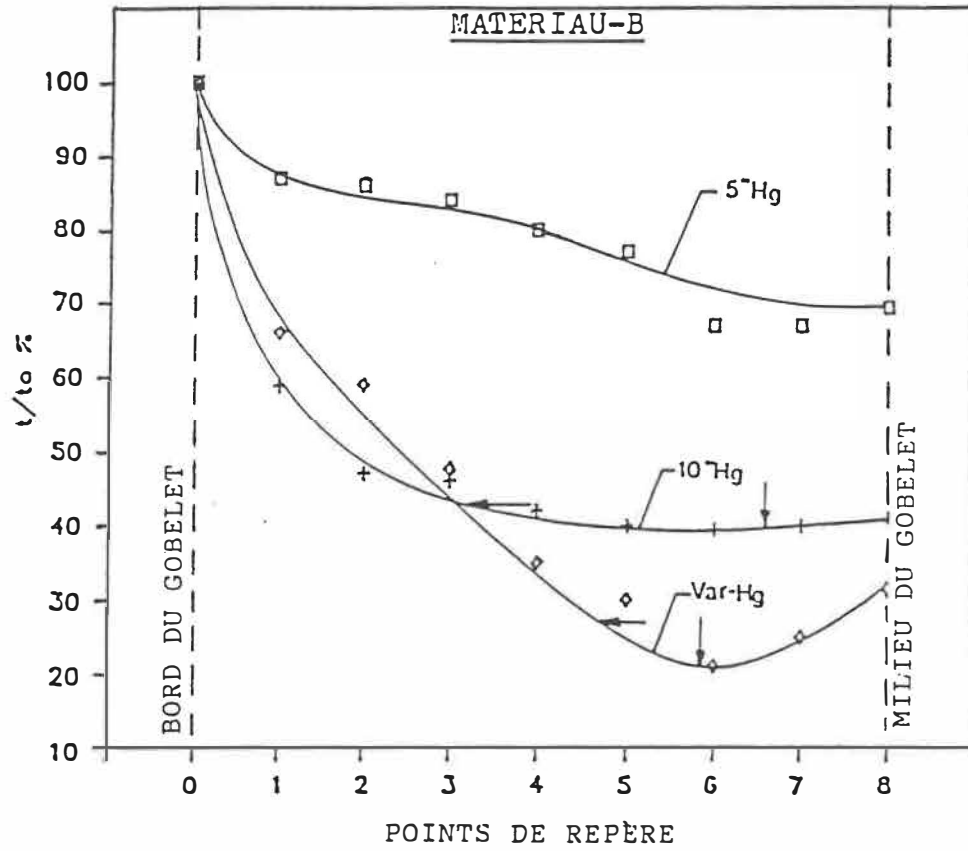


Figure 3.5

f) 100% de puissance de chauffage

La déformation biaxiale du matériau, donc sa variation d'épaisseur, est la plus grande pour un chauffage à 90% de la capacité maximale. La réduction de l'épaisseur atteint même 80% et 90% dans les coins du gobelet. Les matériaux A et B montrent sur les Figures 3.5 b) et e) les mêmes capacités de déformation.

La variation de la température des feuilles des matériaux A et B pour les deux épaisseurs pendant la phase de chauffage à 90% de capacité est présentée à la Figure 3.6. Sur cette figure, les deux lignes horizontales, situées à 135°C et 155°C, limitent la zone de température thermoformable du matériau. Le UHMWPE, comme la plupart des plastiques, n'est pas un bon conducteur de chaleur et la température n'est pas uniforme à travers l'épaisseur de la feuille. Cependant, avec le chauffage par radiation, le gradient de température à travers l'épaisseur de la feuille est moins grand qu'avec le chauffage par convection. Les résultats à la Figure 3.6 montrent que le matériau A, qui est de couleur blanche, prend environ 25% plus de temps pour atteindre la zone de formage. Comme le matériau B est noir, il absorbe plus rapidement la chaleur radiante.

Les rayons au coin des gobelets sont mesurés sur des échantillons thermoformés à 90% de capacité de chauffage et avec un vacuum progressif. Les résultats pour les rapports de déformation de 0.5, 1.0 et 1.5 sont présentés à la Figure 3.7. Chaque valeur présentée sur cette figure est une moyenne de quatre échantillons. C'est avec le rapport de déformation de 1.00 que nous avons réussi à obtenir le rayon dans le coin le plus petit à 9.7 mm.

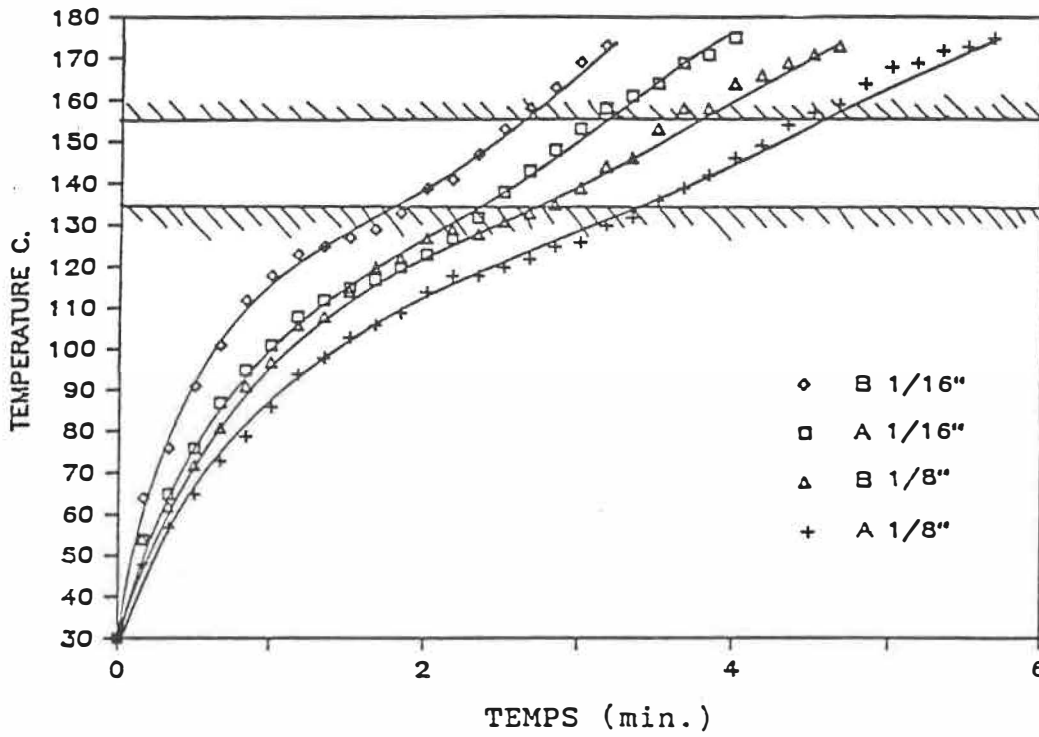


Figure 3.6 - La température à la surface de la feuille vs temps de chauffage pour les deux matériaux et deux épaisseurs; la puissance de chauffage est à 90% du maximum.

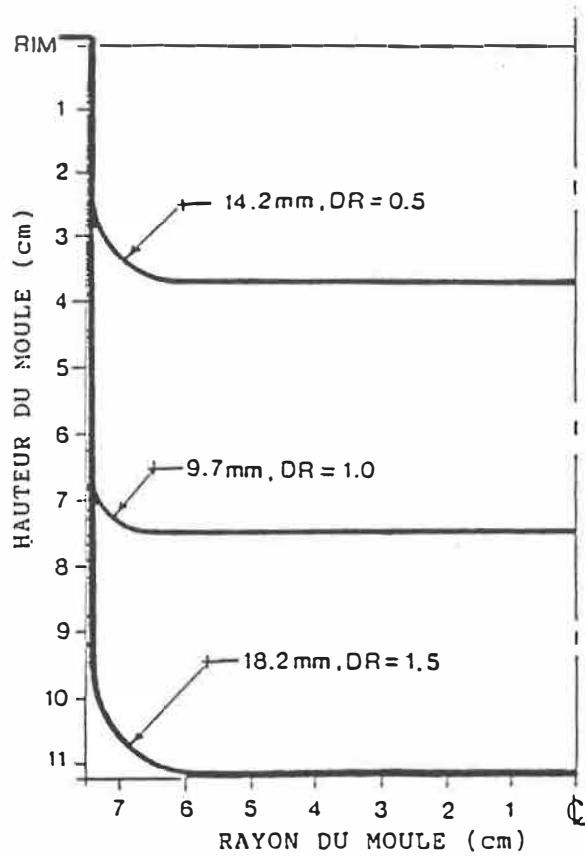


Figure 3.7 - Représentation des gobelets thermoformés avec le vacuum à Var.Hg; pour 1/16 po d'épaisseur des deux matériaux.

III-5 PROPRIÉTÉS DU MATÉRIAU THERMOFORMÉ

Les gobelets thermoformés sont laissés à refroidir dans les conditions standard du laboratoire et des mesures sont prises à un jour, deux jours et trois jours après le formage. Aucun retrait élastique n'est enregistré pendant la période d'observation, les gobelets gardent bien leur forme et leur couleur.

La stabilité dimensionnelle des gobelets de DR = 1.0 est examinée à des températures suivantes: 110° C, 120° C, 130° C et 140° C.

- Chauffés à 110° C pendant 24 h, les gobelets ne changent pas de forme, le matériau reste souple.
- Testés à 120° C, les signes de distorsions commencent à apparaître, surtout dans le fond du gobelet.
- À 130° C et 140° C, la distorsion mesurée est d'environ 20% dans le fond du gobelet. Refroidi à la température ambiante, le matériau devient fragile et cassant surtout dans les coins du gobelet où le matériau a subi une très grande déformation.

Le Tableau 3.8 montre les résultats pour les tests de traction performés avec des micro-éprouvettes estampées à partir des parois des gobelets. Des gobelets de $DR = 1.0$ et $DR = 0.5$ sont utilisés pour les tests. Pour le $DR = 0.5$, la direction no 2 ne peut être testée puisque les dimensions du gobelet dans cette direction sont trop petites pour l'éprouvette utilisée. Chaque résultat présenté dans le Tableau 3.8 est une moyenne obtenue sur dix échantillons dans chaque direction.

Pour le rapport de déformation 0.5, la déformation biaxiale maximum est de 31% dans les régions où les éprouvettes sont prises. Pour les trois propriétés rapportées, il n'y a pas de variations significatives entre le matériau original et les gobelets thermoformés. Le matériau dans ce cas là est relativement peu étiré.

Cependant, pour le rapport de déformation de 1.0, la contrainte à la rupture du gobelet a significativement augmentée dans le fond du gobelet, c'est-à-dire dans les directions trois et quatre où le matériau s'est beaucoup déformé. La contrainte maximum a aussi augmentée. L'allongement à la rupture est par contre réduit.

RAPPORT DE DEFORMATION = 1.0						
DIRECTION	CONTRAINTE AU SEUIL Mpa		CONTRAINTE A LA RUPTURE Mpa		ELONGATION A LA RUPTURE %	
	Mat-A	Mat-B	Mat-A	Mat-B	Mat-A	Mat-B
ORIGINE	23.3	22.6	44.8	45.8	337	356
DIR-1	21.6	22.0	47.0	48.0	262	274
DIR-2	23.0	22.5	32.7	33.2	200	201
DIR-3	25.6	28.7	59.5	60.8	205	180
DIR-4	26.7	25.3	60.5	57.0	220	170
RAPPORT DE DEFORMATION = 0.5						
DIR-1	22.8	23.4	38.1	41.7	280	325
DIR-2	21.9	21.1	36.9	39.3	270	315
DIR-3	21.4	20.6	32.3	36.2	230	275

Table 3.8 - Résultats comparatifs entre le matériau d'origine et les gobelets thermoformés.

CHAPITRE IV
COMPARAISON DE L'ÉPAISSEUR DES PAROIS
AVEC UN MODÈLE THÉORIQUE

IV-1 INTRODUCTION

Les feuilles de plastique peuvent être formées dans des moules de géométries très variées. Comme on l'a déjà vu, les méthodes de formages sont aussi très variées. Dans la phase de formage, la feuille de plastique fige en entrant en contact avec le moule froid, créant ainsi une variation d'épaisseur dans la paroi de la pièce suivant la profondeur du moule. Cette variation peut résulter en des points faibles dans la pièce produite.

Le thermoformage se compare favorablement avec d'autres procédés de formage à cause de son coût peu élevé et d'un cycle de production très court. Cependant, la prédiction de l'épaisseur du produit est très difficile. Nous utilisons ici un modèle théorique proposé par Rosenzweig, Narkis et Tadmor en 1983 [18]. Pour ce modèle, les hypothèses suivantes sont faites:

- 1 - Le polymère est incompressible et se comporte comme une membrane élastique.

2 - La bulle, formée par le vacuum avant que le matériau touche le moule, est d'épaisseur uniforme et de température uniforme.

3 - Dès que la feuille touche le moule froid, elle fige à cet endroit et garde son épaisseur.

IV-2 LES ÉQUATIONS

Au départ, en se basant sur les équations d'un moule conique (Figure 4.1) les auteurs ont trouvé l'équation (4.1) qui donne la distribution de l'épaisseur sur la paroi:

$$\frac{\gamma}{\gamma_0} = \frac{1 + \sin\beta}{2} \frac{H_c - 2 \sin\beta}{H_c} \quad (\sec \beta - 1) \quad (4.1)$$

γ est l'épaisseur de la feuille à la position Z située sur la paroi du moule, γ_0 est l'épaisseur originale de la feuille, β est l'angle de la base du cône et H_c est la hauteur du cône.

Pour généraliser, le moule conique est tronqué et le terme "moule profond", représenté par la condition 4.2, est désigné quand, dans la phase de formage, la feuille de plastique chaude recouvre d'abord les parois du haut du moule et ensuite le fond.

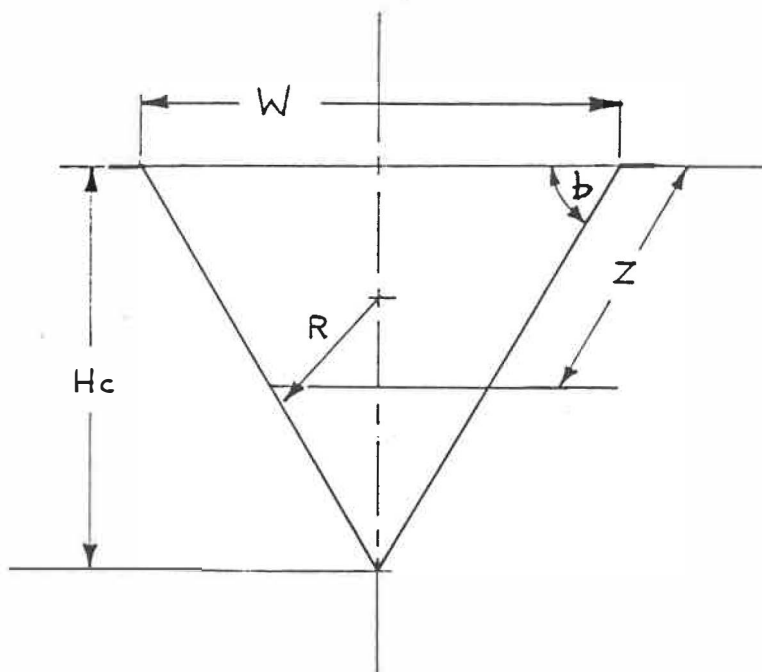


Figure 4.1 - Thermoformage avec un moule conique.

$$H > \frac{W}{2} \frac{\sin b}{1 + \cos b} \quad (4.2)$$

Comme montré sur la Figure 4.2, H est la hauteur du moule, W est le diamètre de l'ouverture du moule et b est l'angle de l'ouverture du moule.

Pour un moule profond, c'est-à-dire que la condition 4.2 est vérifiée, la détermination de l'épaisseur de la paroi suivant la position Z est divisée en deux situations:

- 1) quand $0 \leq Z \leq Z_r$
- 2) quand $Z_r < Z \leq H/\sin b$ - (rayon aux coins)

où Z_r est la localisation sur la paroi du moule au moment où la bulle formée par le vacuum commence à toucher le fond comme montré sur la Figure 4.2. Z_r est donné par l'expression suivante:

$$Z_r = \frac{H (1 + \cos b)}{\sin b} - \frac{W}{2} \quad (4.3)$$

Pour $0 \leq Z \leq Z_r$, la distribution de l'épaisseur de la paroi est donnée par l'équation (4.1). H_c est maintenant calculé par l'équation (4.4):

$$Hc = \frac{W}{2} \tan b \quad (4.4)$$

Pour $Z_T < Z \setminus H/\sin b - (\text{rayon aux coins})$ c'est-à-dire la phase où le plastique commence à recouvrir le fond du moule ainsi que les murs restants jusqu'à ce que le rayon dans le coin est atteint et le formage est complété. La distribution de l'épaisseur est donnée par l'équation suivante:

$$\frac{c}{c_i} = \frac{S_i}{SF_s} \quad (4.5)$$

c_i est l'épaisseur initiale de la phase 2, c'est-à-dire que $Z = Z_T$. c_i est calculé en substituant $Z = Z_T$ dans l'équation (4.1).

S_i est la surface de la bulle au moment $Z = Z_T$

$$S_i = 2p (1 + \cos b) (H/\sin b - Z_T)^2 \quad (4.6)$$

S représente la surface des matériaux qui n'ont pas encore touché le moule au moment calculé.

$$S = \frac{2p}{1 - \cos b} (H - Z \sin b) [(Z - Z_T)b + (H - Z \sin b)] \quad (4.7)$$

En se basant sur l'hypothèse que le matériau est incompressif, F_z est le rapport entre le volume du matériau au moment $Z = Z_T$ et le volume du matériau encore libre au moment $Z = Z$.

$$c_z S_z F_z = c_I S_I \quad (4.8)$$

$$V_z F_z = V_I \quad (4.9)$$

F_z est calculé par l'équation suivante:

$$F_z = \left[\frac{aZ^2 + bZ + c}{aZ_T + bZ_T + c} \right]^A \left[\frac{(2aZ + b - g)(2aZ_T + b + g)}{(2aZ_T + b - g)(2aZ_T - b - g)} \right]^B \quad (4.10)$$

où

$$a = \sin b - b \quad (4.11)$$

$$b = b \frac{H}{\sin b} + Z_T - 2H \quad (4.12)$$

$$c = (H - Z_T b) \frac{H}{\sin b} \quad (4.13)$$

$$d = \frac{W}{2} - Z_T - H \frac{1}{\tan b} - \cos b \quad (4.14)$$

$$f = 1 - \cos b \quad (4.15)$$

$$g = b \frac{H}{\tan b} - \frac{W}{2} \quad (4.16)$$

$$A = \frac{f \sin b}{2a (2-f)} \quad (4.17)$$

$$B = \frac{\sin b (d - fb/2a)}{g (2-f)} \quad (4.18)$$

b est en radiant.

IV-3 RÉSULTATS

Pour comparer avec le modèle théorique proposé, nous avons utilisé le rapport de déformation de 1.0, 90% de capacité de chauffage et formé avec le vacuum progressif. Étant donné que dans les équations, l'angle b du moule ne peut être droit comme dans l'expérience, nous avons pris les valeurs suivantes pour les calculs:

$$W = 5.905" (15 \text{ cm})$$

$$H = 2.953" (7.5 \text{ cm})$$

$$b = 89.9_0 \text{ ou } 1.56905 \text{ rad.}$$

Pour ces valeurs, nous avons trouvé les constantes suivantes:

$$Z_r = 0.0054085$$

$$a = -.56905$$

$$b = -1.2636$$

$$c = 8.6959$$

$$d = 2.94710$$

$$f = .9982$$

$$g = -4.6245$$

Il faut remarquer que pour le rapport de déformation de 1.0, Z est toujours plus grand que Z_r car $Z_r \neq 0.0$ et alors c_r dans l'équation (4.5) est égal à l'épaisseur originale de la feuille de plastique. Les résultats des épaisseurs calculés avec l'équation (4.5) et les valeurs expérimentales sont comparées sur la Figure 4.3. On peut observer que le modèle prédit des épaisseurs 10% et 20% supérieures aux valeurs expérimentales. Les calculs faits avec des angles b plus petits augmenteraient cet écart. Car plus b est petit plus la variation de l'épaisseur diminue.

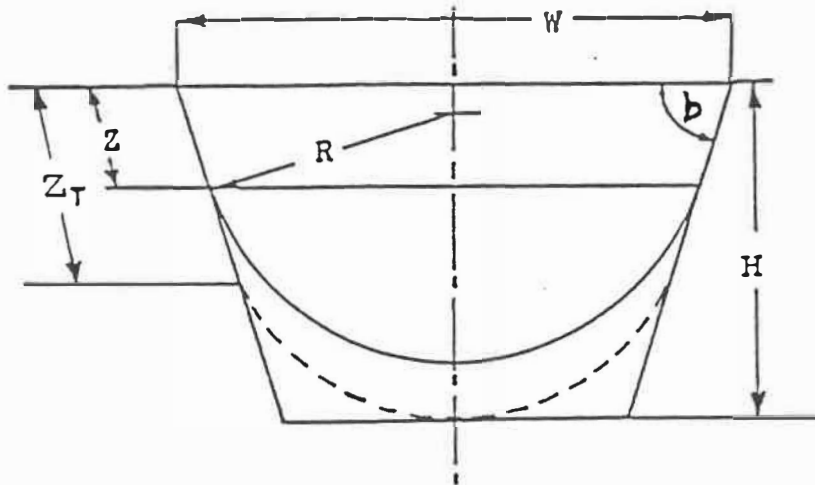


Figure 4.2 - Les dimensions du moule pour les calculs théoriques de l'épaisseur.

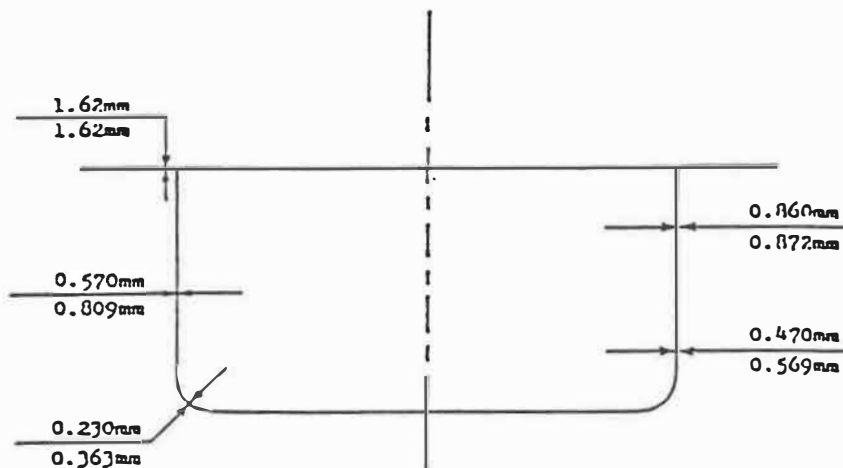


Figure 4.3 - Comparaisons entre les mesures expérimentales (haut) et théoriques (bas) pour DR 1.0

CHAPITRE V
CONCLUSION GÉNÉRALE

De nombreux facteurs peuvent intervenir quand on étudie la thermoformabilité d'un matériau d'où la difficulté de généraliser une solution qui convient à toutes les applications. Cependant, les tests de traction uniaxiale à des températures variables ont permis de cerner la zone de thermoformabilité du UHMWPE soit de 130°C à 155°C. Dans cette gamme de températures, les courbes de contrainte vs déformation du UHMWPE contiennent une région de fluage assez grande. Cette région de fluage correspond au phénomène d'écoulement en filament, c'est-à-dire que le matériau s'étire avec une contrainte constante ou diminuante. Plus cette région est grande, meilleur est le formage.

Ce travail a montré que le UHMWPE possède de bonnes caractéristiques pour le thermoformage par vacuum. Par contre, pour un rapport de déformation supérieur à 1.5, il faudrait sans doute ajouter une assistance mécanique pour déformer la feuille. Le vacuum seulement ne peut non plus déformer les feuilles d'épaisseur 1/8 po.

Les meilleurs résultats de thermoformage ont été obtenus avec l'épaisseur de feuille de 1/16 po et le rapport de déformation de 1.0. Pour le même rapport, le rayon dans le

coin du gobelet est de 9.7 mm. Les expériences ont montré que l'application d'un vacuum progressif aide à mieux étirer le matériau de plastique dans la phase de formage et évite la rupture. Avec l'application d'une force de vacuum instantanée plus grande que 13" Hg, la feuille de UHMWPE éclate à cause d'un étirement trop rapide.

Nous avons trouvé que l'addition de 0.5% par poids de poudre de carbone n'a pas changé la thermoformabilité du UHMWPE cependant, comme le chauffage est radiant, la présence du carbone permet de réduire le temps de chauffage de 25%. Les pièces thermoformées ont montré d'excellentes stabilités dimensionnelles jusqu'à 110°C. Les lignes de coupes laissées par le couteau sur les feuilles de UHMWPE n'ont pas montré d'effets sur le comportement du matériau sous traction ou sur la thermoformabilité.

RÉFÉRENCES

- [1] BUCHER, J., *Plastics Design Forum*, Jan./Feb., 1986.
- [2] PROUT, E.O., *Plastics Design Forum*, May/June, 1978.
- [3] "UHMWPE is Breaking Through the Mass-Production Barrier", *Modern Plastics*, pp. 42-43, July, 1982.
- [4] GAUVIN, R., NGUYEN, Q.X., CHALIFOUX, J.-P., YELLE, H., *2e Congrès mondial des engrenages*, Paris, Vol. 2, pp. 3-11, 1986.
- [5] MALPAS, V.E., KEMPTHORN, J.T., *Plastics Engineering*, pp. 53-57, August, 1986.
- [6] Society of the Plastics Industry, *Plastics Engineering Handbook*, Van Nostrand Reinhold Co., 1976.
- [7] THRONE, J.L., *Plastics Process Engineering*, Morel Dekker, New York, Chap. 12, 1979.
- [8] LEE, D., LUKEN, P.C., *Polymer Engineering and Science*, Vol. 26, No 9, Mid-May, 1986.

- [9] STOKES, V.K., NIED, H.F., Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 108, p. 107, April, 1986.
- [10] SAUTER, P.A., British Plastics, November 1954.
- [11] ALLARD, R., CHARRIER, J.M., MARANGOU, M., RYAN, M.E., SHRIVASTAVA, S., WU, R., 43rd ANTEC '85, SPE, 1985.
- [12] BIRNKRAUT, H.W., 181st National Meeting of the American Chemical Society, Atlanta, GA, March 31, 1981.
- [13] "Ultra High Molecular Weight Polyethylene Offers Ultra High Resistance to Abrasion", Plastics Design Procesing, June, 1972.
- [14] "UHMWPE ... a Sleeping Giant Stirs", Modern Plastics, April, 1975.
- [15] TSAI, J.T., Polymer Engineering and Science, Vol. 22, No 4, March, 1982.
- [16] EVANS, R.E., Polymer Engineering and Science, Vol. 13, No 1, January, 1973.

- [17] MILES, M.J., MILLS, N.J., Polymer Engineering and Science, Vol. 17, No 2, February, 1977.

- [18] ROSENZWEIG, N., 41th ANTEC '83, SPE, pp. 478-482, 1983.

- [19] BERKHARDT, E.C., Processing of Thermoplastic Materials, Reinhold Pub., New York, 1959.

- [20] BARLOW, A., RYLE, T., Plastics Engineering, August, 1977.

- [21] ZACHARIADES, A.E., LOGAN. J.A., Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition, Vol. 21, pp. 821-830, 1983.

- [22] KAITO, A., NAKAYANG, K., KANETSUNA, H., Journal of Applied Polymer Science, Vol. 30, pp. 4591-4608, 1985.

- [23] BRINKEN, F., POTENTE, H., Polymer Engineering and Science, Vol. 20, No 15, October, 1980.

- [24] GROB, H., MENGES, G., 40th ANTEC '82, SPE, pp. 840-842, 1982.

[25] COUGHLAN, J.J., Modern Plastics Encyclopedia 1985-86,
p. 66.

[26] SMOLUK, G.R., Modern Plastics, p. 59, August, 1983.

ANNEXE A

EXTRAIT DE LA NORME D638M



Designation: D 638M - 87b
METRIC

Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics (Metric)¹

This standard is issued under the fixed designation D 638M; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the tensile properties of unreinforced and reinforced plastics in the form of standard dumbbell-shaped test specimens when tested under defined conditions of pretreatment, temperature, humidity, and testing machine speed.

1.2 This test method can be used for testing materials of any thickness up to 10 mm. However, for testing specimens in the form of thin sheeting, including film less than 1.0 mm, Test Methods D 882 is the preferred test method. Materials with a thickness greater than 10 mm must be reduced by machining.

NOTE 1—This test method is the metric counterpart of Test Method D 638.

NOTE 2—This test method may be used for testing phenolic resin molded or laminated materials. However, where these materials are used as electrical insulation, such materials should be tested in accordance with Method D 229 and Test Method D 651.

NOTE 3—This test method is not intended to cover precise physical procedures. It is recognized that the constant-rate-of-crosshead-movement type of test leaves much to be desired from a theoretical standpoint, that wide differences may exist between rate of crosshead movement and rate of strain between gage marks on the specimen, and that the testing speeds specified disguise important effects characteristic of materials in the plastic state. Further, it is realized that variations in the thicknesses of test specimens, which are permitted by these procedures, produce variations in the surface-volume ratios of such specimens, and that these variations may influence the test results. Hence, where directly comparable results are desired, all samples should be equal thickness. Special additional tests should be used where more precise physical data are needed.

NOTE 4—For tensile properties of resin-matrix composites reinforced with oriented continuous or discontinuous high modulus >20 GPa ($>3.0 \times 10^6$ psi) fibers, tests shall be made in accordance with Test Method D 3039.

1.3 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 229 Method of Testing Rigid Sheet and Plate Materials Used for Electrical Insulation^{2,3}

D 618 Methods of Conditioning Plastics and Electrical Insulating Materials for Testing²

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics²

D 651 Test Method for Tensile Strength of Molded Electrical Insulating Materials²

D 882 Test Methods for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting²

D 883 Definitions of Terms Relating to Plastics²

D 3039 Test Method for Tensile Properties of Fiber-Resin Composites⁴

D 4066 Specification for Nylon Injection and Extrusion Materials⁵

E 4 Practices for Load Verification of Testing Machines^{5,6}

E 83 Practice for Verification and Classification of Extensometers⁶

3. Definitions

3.1 *General*—Definitions of terms applying to this test method appear in Definitions D 883 and Annex A1.

4. Significance and Use

4.1 This test method is designed to produce tensile property data for the control and specification of plastic materials. These data are also useful for qualitative characterization purposes and for research and development.

4.2 Tensile properties may vary with specimen preparation and with speed and environment of testing. Consequently, where precise comparative results are desired, these factors must be carefully controlled.

4.2.1 It is realized that a material cannot be tested without also testing the method of preparation of that material. Hence, when comparative tests of materials per se are desired, the greatest care must be exercised to ensure that all samples are prepared in exactly the same way, unless the test is to include the effects of sample preparation. Similarly, for referee or comparisons within any given series of specimens, care must be taken to secure the maximum degree of uniformity in details of preparation, treatment, and handling.

4.3 Tensile properties may provide useful data for plastics engineering design purposes. However, because of the high degree of sensitivity exhibited by many plastics to rate of straining and environmental conditions, data obtained by this test method cannot be considered valid for applications involving load-time scales or environments widely different from those of this test method. In cases of such dissimilarity, no reliable estimation of the limit of usefulness can be made

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved Nov. 27, 1987. Published February, 1988. Originally published as D 638M - 81. Last previous edition D 638M - 87a.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 10.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.03.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

 D 638M

for most plastics. This sensitivity to rate of straining and environment necessitates testing over a broad load-time scale (including impact and creep) and range of environmental conditions if tensile properties are to suffice for engineering design purposes.

NOTE 5—Since the existence of a true elastic limit in plastics (as in many other organic materials and in many metals) is debatable, the propriety of applying the term “elastic modulus” in its quoted generally accepted definition to describing the “stiffness” or “rigidity” of a plastic has been seriously questioned. The exact stress-strain characteristics of plastic materials are highly dependent on such factors as rate of application of stress, temperature, previous history of specimen, etc. However, stress-strain curves for plastics, determined as described in this test method, almost always show a linear region at low stresses, and a straight line drawn tangent to this portion of the curve permits calculation of an elastic modulus of the usually defined type. Such a constant is useful if its arbitrary nature and dependence on time, temperature, and similar factors are realized.

5. Apparatus

5.1 *Testing Machine*—A testing machine of the constant-rate-of-crosshead movement type and comprising essentially the following:

5.1.1 *Fixed Member*—A fixed or essentially stationary member carrying one grip.

5.1.2 *Movable Member*—A movable member carrying a second grip.

5.1.3 *Grips*—Grips for holding the test specimen between the fixed member and the movable member. The grips shall be self-aligning, that is, they shall be attached to the fixed and movable member, respectively, in such a manner that they will move freely into alignment as soon as any load is applied, so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly. The specimens should be aligned as perfectly as possible with the direction of pull so that no rotary motion that may induce slippage will occur in the grips; there is a limit to the amount of misalignment self-aligning grips will accommodate.

5.1.3.1 The test specimen shall be held in such a way that slippage relative to the grips is prevented insofar as possible. Grip surfaces that are deeply scored or serrated with a pattern similar to those of a coarse single-cut file, serrations about 2.5 mm apart and about 1.5 mm deep, have been found satisfactory for most thermoplastics. Finer serrations have been found to be more satisfactory for harder plastics such as the thermosetting materials. The serrations should be kept clean and sharp. Breaking in the grips may occur at times, even when deep serrations or abraded specimen surfaces are used; other techniques must be used in these cases. Other techniques that have been found useful, particularly with smooth-faced grips, are abrading that portion of the surface of the specimen that will be in the grips, and interposing thin pieces of abrasive cloth, abrasive paper, or plastic or rubber-coated fabric, commonly called hospital sheeting, between the specimen and the grip surface. Number 80 double-sided abrasive paper has been found effective in many cases. An open-mesh fabric, in which the threads are coated with abrasive, has also been effective. Reducing the cross-sectional area of the specimen may also be effective. The use of special types of grips is sometimes necessary to eliminate slippage and breakage in the grips.

5.1.4 *Drive Mechanism*—A drive mechanism for imparting to the movable member a uniform, controlled velocity with respect to the stationary member, this velocity to be regulated as specified in Section 9.

5.1.5 *Load Indicator*—A suitable load-indicating mechanism capable of showing the total tensile load carried by the test specimen when held by the grips. This mechanism shall be essentially free from inertia-lag at the specified rate of testing and shall indicate the load with an accuracy of $\pm 1\%$ of the indicated value, or better. The accuracy of the testing machine shall be verified in accordance with Practices E 4.

NOTE 6—Experience has shown that many testing machines now in use are incapable of maintaining accuracy for as long as the periods between inspection recommended in Practices E 4. Hence, it is recommended that each machine be studied individually and verified as often as may be found necessary. It will frequently be necessary to perform this function daily.

5.1.6 The fixed member, movable member, drive mechanism, and grips shall be constructed of such materials and in such proportions that the total elastic longitudinal strain of the system constituted by these parts does not exceed 1 % of the total longitudinal strain between the two gage marks on the test specimen at any time during the test and at any load up to the rated capacity of the machine.

5.2 *Extension Indicator*—A suitable instrument for determining the distance between two fixed points located within the gage length of the test specimen at any time during the test. It is desirable, but not essential, that this instrument automatically record this distance (or any change in it) as a function of the load on the test specimen, or of the elapsed time from the start of the test. If only the latter is obtained, data on load as a function of time must also be taken.

5.2.1 *Low Extension (Modulus) Measurements*—For elastic modulus measurements, a mechanically attached extensometer accurate to $\pm 1\%$ of the measured strain shall be used. The attachment of the extensometer shall be such as to cause no damage to the surface of the specimen, and the weight of the instrument shall not induce bending strains in the specimen. A non-contacting extensometer may be used if it can be shown to be of equivalent sensitivity.

5.2.2 *High Extension Measurements*—For strain measurements beyond the Hookean region, alternative methods of strain measurement may be used, but they must be accurate to $\pm 1\%$ of the measured strain.

5.2.3 All extension indicators shall be free of inertial lag at the specified speed of testing and shall be calibrated periodically in accordance with Practice E 83.

NOTE 7—Refer to Practice E 83.

5.3 *Micrometers*—Suitable micrometers, reading to at least 0.02 mm for measuring the width and thickness of the test specimens. The thickness of nonrigid plastics should be measured with a dial micrometer that exerts a pressure of 25 ± 5 kPa on the specimen and measures the thickness to within 0.02 mm. The anvil of the micrometer shall be at least 30 mm in diameter and parallel to the face of the contact foot.

6. Test Specimens

6.1 *Sheet, Plate, and Molded Plastics*

6.1.1 *Rigid and Semirigid Plastics*—The test specimens shall conform to the dimensions shown in Fig. 1. The Type

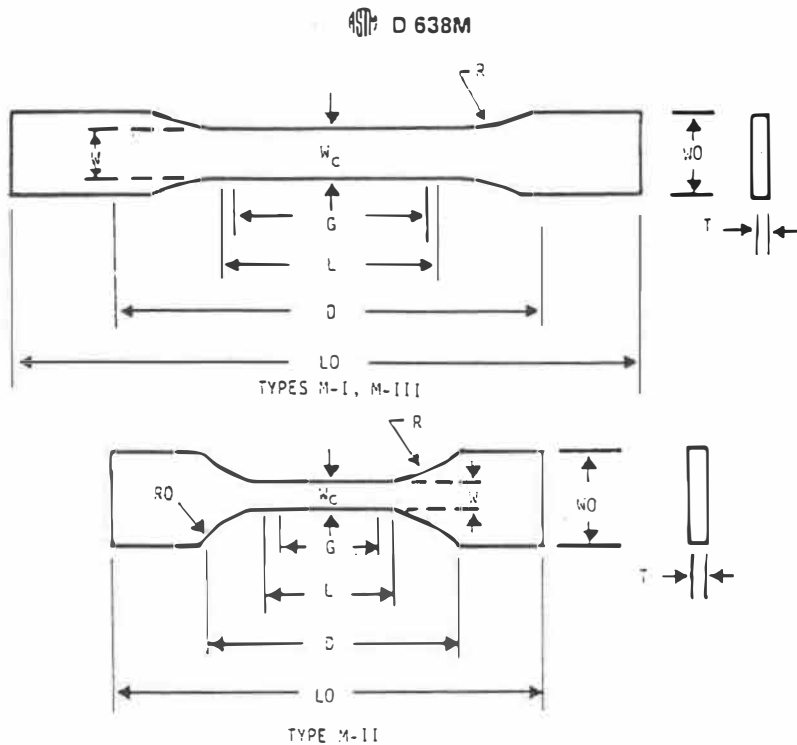


FIG. 1 Tension Test Specimens

M-I specimen is the preferred specimen and shall be used where sufficient material having a thickness of 10 mm or less is available. The Type M-III specimen shall be used where only limited material having a thickness of 4 mm or less is available for evaluation, or where a large number of specimens are to be exposed in a limited space (thermal and environmental stability tests, etc.). The Type M-II specimen should be used when direct comparisons are required between materials in different rigidity cases (that is, nonrigid and semirigid).

6.1.2 *Nonrigid Plastics*—The test specimen shall conform to the dimensions shown in Fig. 1. The Type M-II specimen shall be used for testing nonrigid plastics with a thickness of 4 mm or less. The Type M-I specimen must be used for all materials with a thickness greater than 4 mm but not more than 10 mm.

6.1.3 *Reinforced Composites*—The test specimen for reinforced composites, including highly orthotropic laminates, shall conform to the dimensions of the Type I specimen shown in Fig. 1.

6.1.4 *Preparation*—Test specimens shall be prepared by machining operations, or die cutting, from materials in sheet, plate, slab, or similar form. Materials thicker than 10 mm must be machined to 10 mm for use as Type M-I specimens. Specimens can also be prepared by molding the material to be tested.

NOTE 8—Test results have shown that for some materials such as glass cloth, SMC, and BMC laminates, other specimen types should be

considered to ensure breakage within the gage length of the specimen, as mandated by Section 8.3.

NOTE 9—When preparing specimens from certain composite laminates such as woven roving, or glass cloth, care must be exercised in cutting the specimens parallel to the reinforcement. The reinforcement will be sufficiently weakened by cutting on a bias, resulting in lower laminate properties, unless testing of specimens in a direction other than parallel with the reinforcement constitutes a variable being studied.

NOTE 10—Specimens prepared by injection molding may have different tensile properties than specimens prepared by machining or die-cutting because of the orientation induced. This effect may be more pronounced in specimens with narrow sections.

6.2 Rigid Tubes:

6.2.1 All surfaces of the specimen shall be free of visible flaws, scratches, or imperfections. Marks left by coarse machining operations shall be carefully removed with a fine file or abrasive and the filed surfaces shall then be smoothed with abrasive paper (No. 00 or finer). The finishing sanding strokes shall be made in a direction parallel to the long axis of the test specimen. All flash shall be removed from a molded specimen, taking great care not to disturb the molded surfaces. In machining a specimen, undercuts that would exceed the dimensional tolerances shown in Fig. 1 shall be scrupulously avoided. Care shall also be taken to avoid other common machining errors.

6.3 Rigid Rods:

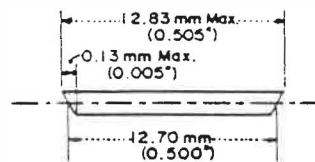
6.3.1 If it is necessary to place gage marks on the specimen, this shall be done with a wax crayon or India ink that will not affect the material being tested. Gage marks

 D 638M
Specimen Dimensions for Thickness, T , mm^d

Dimensions (see drawings)	10 or Under			4 or Under			Tolerances
	Type M-I	Type M-II	Type M-III	Type M-I	Type M-II	Type M-III	
W —Width of narrow section ^{a, e}	10	6	2.5	—	—	—	$\pm 0.5^f$
L —Length of narrow section	60	33	10	—	—	—	± 0.5
WO —Width of overall, min ^g	20	25	10	—	—	—	± 0.5
LO —Length overall, min ^g	150	115	60	—	—	—	no max
G —Gage length ^h	50	—	7.5	—	—	—	± 0.25
G —Gage length ⁱ	—	25	—	—	—	—	± 0.5
D —Distance between grips	115	80	25	—	—	—	± 5
R —Radius of fillet	60	14	15	—	—	—	± 1
RO —Outer radius (Type II)	—	25	—	—	—	—	± 1

^a The width at the center W_c shall be plus 0.00 mm, minus 0.10 mm compared with width W at other parts of the reduced section. Any reduction in W at the center shall be gradual, equally on each side so that no abrupt changes in dimension result.

^e For molded specimens, a draft of not over 0.15 mm may be allowed for Type M-I, 3 mm in thickness, and this should be taken into account when calculating width of the specimen. Thus a typical section of a molded Type M-I specimen, having the maximum allowable draft, could be as follows:



^h Test marks or initial extensometer span.

^d Thickness, T , shall be 3 ± 0.4 mm for all types of molded specimens where possible. If specimens are machined from sheets or plates, thickness, T , may be the thickness of the sheet or plate provided this does not exceed the range stated for the intended specimen type. For sheets of nominal thickness greater than 10 mm, the specimens shall be machined to 10 ± 0.4 mm in thickness, for use with the Type M-I specimen. For sheets of nominal thickness between 10 and 50 mm approximately equal amounts shall be machined from each surface. For thicker sheets both surfaces of the specimen shall be machined and the location of the specimen with reference to the original thickness of the sheet, shall be noted. Tolerances on thickness less than 10 mm shall be those standard for the grade of material tested.

^e A Type M-I specimen, having an overall width of 20 mm and an overall length of 215 mm is the preferred specimen and shall be used whenever possible.

^f Overall widths greater than the minimum indicated may be desirable for some materials in order to avoid breaking in the grips.

^g Overall lengths greater than the minimum indicated may be desirable either to avoid breaking in the grips or to satisfy special test requirements.

ⁱ The Type M-II specimen is intended for nonrigid plastics but may be used for rigid types where desirable.

FIG. 1 Continued.

shall not be scratched, punched, or impressed on the specimen.

6.4 When testing materials that may be suspected of anisotropy, duplicate sets of test specimens shall be prepared having their long axes respectively parallel with, and normal to, the suspected direction of anisotropy.

7. Conditioning

7.1 **Conditioning**—Condition the test specimens at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Methods D 618, for those tests where conditioning is required. In cases of disagreement, the tolerances shall be $\pm 1^\circ\text{C}$ and $\pm 2\%$ relative humidity.

7.1.1 Note that for some hygroscopic materials, such as nylons, the material specifications (for example, Specification D 4066) call for testing "dry as-molded specimens." Such requirements take precedence over the above routine preconditioning to 50% relative humidity and require sealing the specimens in water vapor-impermeable containers as soon as molded and not removing them until ready for testing.

7.2 **Test Conditions**—Conduct tests in the Standard Laboratory Atmosphere of $23 \pm 2^\circ\text{C}$ and $50 \pm 5\%$ relative humidity, unless otherwise specified in the test methods. In cases of disagreements, the tolerances shall be $\pm 1^\circ\text{C}$ and $\pm 2\%$ relative humidity.

NOTE 11—The tensile properties of some plastics change rapidly with small changes in temperature. Since heat may be generated as a result of

straining the specimen at high rates, conduct tests without forced cooling to ensure uniformity of test conditions. Measure the temperature in the reduced section of the specimen and record it for materials where self-heating is suspected.

8. Number of Test Specimens

8.1 Test at least five specimens for each sample in the case of isotropic materials.

8.2 Test ten specimens, five normal to, and five parallel with the principle axis of anisotropy, for each sample in case of anisotropic materials.

8.3 Discard specimens that break at some obvious fortuitous flaw, or that do not break between the predetermined gage marks, and make retests, unless such flaws constitute a variable to be studied.

NOTE 12—Before testing, all transparent specimens should be inspected in a polariscope. Those which show atypical or concentrated strain patterns should be rejected, unless the effects of these residual strains constitute a variable to be studied.

9. Speed of Testing

9.1 Speed of testing shall be the relative rate of motion of the grips or test fixtures during the test. Rate of motion of the driven grip or fixture when the testing machine is running idle may be used, if it can be shown that the resulting speed of testing is within the limits of variation allowed.

9.2 Choose the speed of testing from Table 1. Determine this chosen speed of testing by the specification for the material being tested, or by agreement between those con-

 D 638M
TABLE 1 Designation for Speed of Testing^a

Classification ^b	Specimen Type	Speed of Testing, mm/min	Nominal Strain ^c Rate at Start of Test, mm/mm·min
Rigid and semirigid	M-I	5 ± 25 %	0.1
		50 ± 10 %	1
	500 ± 10 %	10	
	M-II	5 ± 25 %	0.15
		50 ± 10 %	1.5
	500 ± 10 %	15	
M-III	1 ± 25 %	0.1	
	10 ± 25 %	1	
Nonrigid	M-II	100 ± 25 %	10
		50 ± 10 %	1.5
	500 ± 10 %	1.5	
		15	

^a Select the lowest speed that produces rupture in ½ to 5 min for the specimen geometry being used (see 9.2).

^b See Definitions D 883 for definitions.

^c The initial rate of straining cannot be calculated exactly for dumbbell-shaped specimens because of extension, both in the reduced section outside the gage length and in the fillets. This initial strain rate can be measured from the initial slope of the tensile strain-versus-time diagram.

cerned. When the speed is not specified, use the lowest speed shown in Table 1 for the specimen geometry being used, which gives rupture within ½ to 5 min testing time.

9.3 Modulus determinations may be made at the speed selected for the other tensile properties or as required by the specification.

10. Procedure

10.1 Measure the width and thickness of rigid flat specimens (Fig. 1) with a suitable micrometer to the nearest 0.02 mm at several points along their narrow sections. Measure the thickness of nonrigid specimens (produced by a Type M-II die) in the same manner with the required dial micrometer. Take the width of this specimen as the distance between the cutting edges of the die in the narrow section. Record the minimum values of cross-sectional area so determined.

10.2 Place the specimen in the grips of the testing machine, taking care to align the long axis of the specimen and the grips with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. The distance between the ends of the gripping surfaces, when using flat specimens, shall be as indicated in Fig. 1. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to prevent slippage of the specimen during the test but not to the point where the specimen would be crushed.

10.3 Attach the extension indicator. When modulus is being determined, the extension indicator must continuously record the distance the specimen is stretched (elongated) within the gage length as a function of the load through the initial (linear) portion of the load-elongation curve.

NOTE 13—Modulus of materials is determined from the slope of the linear portion of the stress-strain curve. For most plastics, this linear portion is very small, occurs very rapidly, and must be recorded automatically. The change in jaw separation is never to be used for calculating modulus or elongation.

10.4 Set the speed of testing at the proper rate as required in Section 9, and start the machine.

10.5 Record load-extension curve of the specimen.

10.6 Record the load and extension at the yield point (if one exists) and the load and extension at the moment of rupture.

NOTE 14—If it is desired to measure both modulus and failure properties (yield or break, or both), it may be necessary, in the case of highly extensible materials to run two independent tests. The high-magnification extensometer, normally used to determine properties up to the yield point, may not be suitable for tests involving high extensibility. If allowed to remain attached to the specimen, the extensometer could be permanently damaged. A broad-range incremental extensometer or hand rule technique may be needed when such materials are taken to rupture.

11. Calculation

11.1 *Tensile Strength*—Calculate the tensile strength by dividing the maximum load in newtons by the original minimum cross-sectional area of the specimen in square metres. Express the result in pascals and report it to three significant figures as "Tensile Strength at Yield" or "Tensile Strength at Break," whichever term is applicable. When a nominal yield or break load less than the maximum is present and applicable, it may be desirable also to calculate, in a similar manner, the corresponding "Tensile Stress at Yield" or "Tensile Stress at Break" and report it to three significant figures (Annex Note A1.1).

11.2 *Percent Elongation*—If the specimen gives a yield load that is larger than the load at break, calculate "Percent Elongation at Yield." Otherwise, calculate "Percent Elongation at Break." Do this by reading the extension (change in gage length) at the moment the applicable load is reached. Divide that extension by the original gage length and multiply by 100. Report "Percent Elongation at Yield" or "Percent Elongation at Break" to two significant figures. When a yield or breaking load less than the maximum is present and of interest, it is desirable to calculate and report both "Percent Elongation at Yield" and "Percent Elongation at Break" (Annex Note A1.2).

11.3 *Modulus of Elasticity*—Calculate the modulus of elasticity by extending the initial linear portion of the load-extension curve and dividing the difference in stress corresponding to any segment of section on this straight line by the corresponding difference in strain. Compute all elastic modulus values using the average initial cross-sectional area of the test specimens in the calculations. Express the result in pascals and report to three significant figures.

11.4 For each series of tests, calculate the arithmetic mean of all values obtained and report it as the "average value" for the particular property in question.

11.5 Calculate the standard deviation (estimated) as follows and report it to two significant figures:

$$s = \sqrt{(\sum X^2 - n\bar{X}^2)/(n-1)}$$

where:

s = estimated standard deviation,

X = value of single observation,

n = number of observations, and

\bar{X} = arithmetic mean of the set of observations.

12. Report

12.1 The report shall include the following:

12.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code numbers, form, principal dimensions, previous history, etc.,

12.1.2 Method of preparing test specimens,

12.1.3 Type of test specimen and dimensions,

12.1.4 Conditioning procedure used,

 D 638M

- 12.1.5 Atmospheric conditions in test room.
 12.1.6 Number of specimens tested.
 12.1.7 Speed of testing.
 12.1.8 Tensile strength at yield or break, average value, and standard deviation.
 12.1.9 Tensile stress at yield or break, if applicable, average value, and standard deviation.
 12.1.10 Percent elongation at yield or break (or both as applicable), average value, and standard deviation.
 12.1.11 Modulus of elasticity, average value, and standard

- deviation, and
 12.1.12 Date of test.

13. Precision and Bias⁷

13.1 A task group has been formed to develop the precision and bias statement for this test method.

⁷ A report on a limited comparison between Methods D 638 and D 638M is available from ASTM Headquarters. Request RR:D20-1088.

ANNEX

(Mandatory Information)

A1. DEFINITIONS OF TERMS AND SYMBOLS RELATING TO TENSION TESTING OF PLASTICS

A1.1 *tensile stress (nominal)*—the tensile load per unit area of minimum original cross section, within the gage boundaries, carried by the test specimen at any given moment. It is expressed in force per unit area, usually megapascals.

NOTE A1.1—The expression of tensile properties in terms of the minimum original cross-section is almost universally used in practice. In the case of materials exhibiting high extensibility, or "necking," or both (A1.11), nominal stress calculations may not be meaningful beyond the yield point (A1.10) due to the extensive reduction in cross-sectional area that ensues. Under some circumstances it may be desirable to express the tensile properties per unit of minimum prevailing cross section. These properties are called "true" tensile properties (that is, true tensile stress, etc.).

A1.2 *tensile strength (nominal)*—the maximum tensile stress (nominal) sustained by the specimen during a tension test. When the maximum stress occurs at the yield point (A1.10), it shall be designated "Tensile Strength at Yield." When the maximum stress occurs at break, it shall be designated "Tensile Strength at Break."

A1.3 *gage length*—the original length of that portion of the specimen over which strain or change in length is determined.

A1.4 *elongation*—the increase in length produced in the gage length of the test specimen by a tensile load. It is expressed in units of length, usually millimetres. (Also known as *extension*.)

NOTE A1.2—Elongation and strain values are valid only in cases where uniformity of specimen behavior within the gage length is present. In the case of materials exhibiting "necking phenomena," such values are only of qualitative utility after attainment of "yield" point. This is due to inability to assure that necking will encompass the entire length between the gage marks prior to specimen failure.

A1.5 *percent elongation*—the elongation of a test specimen expressed as a percent of the gage length.

A1.6 *percent elongation at yield and break*:

A1.6.1 *percent elongation at yield*—the percent elongation at the moment the yield point (A1.10) is attained in the test specimen.

A1.6.2 *percent elongation at break*—the percent elongation at the moment of rupture of the test specimen.

A1.7 *strain*—the ratio of the elongation to the gage length of the test specimen, that is, the change in length per unit of original length. It is expressed as a dimensionless ratio.

A1.8 *true strain* (see Fig. A1.1) is defined by the following equation for ϵ_T :

$$\epsilon_T = \int_{L_0}^L dL/L = \ln L/L_0$$

where:

dL = the increment of elongation when the distance between the gage marks is L .

L_0 = the original distance between gage marks, and

L = the distance between gage marks at any time.

A1.9 *tensile stress-strain curve*—a diagram in which values of tensile stress are plotted as ordinates against corresponding values of tensile strain as abscissas.

A1.10 *yield point*—the first point on the stress-strain curve at which an increase in strain occurs without an increase in stress (Fig. A1.2).

NOTE A1.3—Only materials whose stress-strain curves exhibit a point of zero slope may be considered as having a yield point.

NOTE A1.4—Some materials exhibit a distinct "break" or discontinuity in the stress-strain curve in the elastic region. This break is not a yield point by definition. However, this point may prove useful for material characterization in some cases.

A1.11 *necking*—the localized reduction in cross section which may occur in a material under tensile stress.

A1.12 *yield strength*—the stress at which a material exhibits a specified limiting deviation from the proportionality of stress to strain. Unless otherwise specified, this stress will be the stress at the yield point and when expressed in relation to the Tensile Strength shall be designated either Tensile Strength at Yield or Tensile Stress at Yield as required under A1.2 (Fig. A1.2). (See *offset yield strength*.)

A1.13 *offset yield strength*—the stress at which the strain exceeds by a specified amount (the offset) an extension of the initial proportional portion of the stress-strain curve. It is



FIG. A1.1 Illustration of True Strain Equation

ASME D 638M

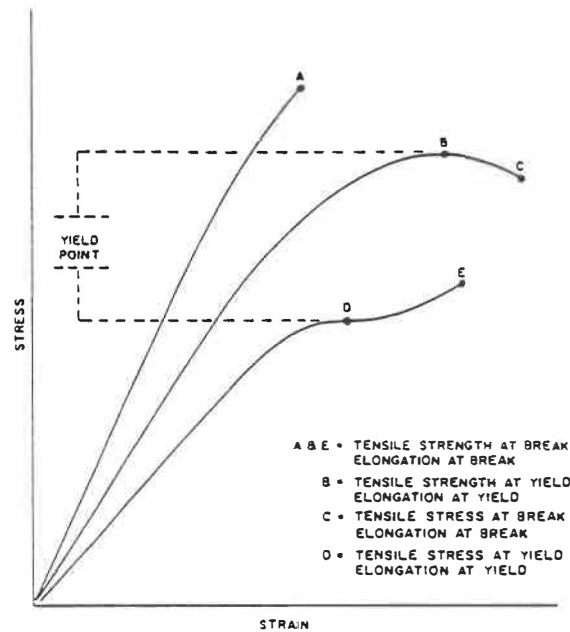


FIG. A1.2 Tensile Designations

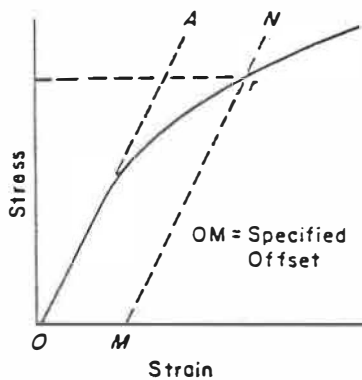


FIG. A1.3 Offset Yield Strength

expressed in force per unit area, usually megapascals.

NOTE A1.5—This measurement is useful for materials whose stress-strain curve in the yield range is of gradual curvature. The offset yield strength can be derived from a stress-strain curve as follows (Fig. A1.3):

On the strain axis lay off OM equal to the specified offset.

Draw OA tangent to the initial straight-line portion of the stress-strain curve.

Through M draw a line MN parallel to OA and locate the intersection of MN with the stress-strain curve.

The stress at the point of intersection r is the "offset yield strength." The specified value of the offset must be stated as a percent of the original gage length in conjunction with the strength value. Example:

0.1 % offset yield strength = ... MPa, or yield strength at 0.1 % offset = ... MPa.

A1.14 *proportional limit*—the greatest stress which a material is capable of sustaining without any deviation from proportionality of stress to strain (Hooke's law). It is expressed in force per unit area, usually megapascals.

A1.15 *elastic limit*—the greatest stress which a material is capable of sustaining without any permanent strain remaining upon completed release of the stress. It is expressed in force per unit area, usually megapascals.

NOTE A1.6—Measured values of proportional limit and elastic limit vary greatly with the sensitivity and accuracy of the testing equipment, eccentricity of loading, the scale to which the stress-strain diagram is plotted, and other factors. Consequently, these values are usually replaced by yield strength.

A1.16 *modulus of elasticity*—the ratio of stress (nominal) to corresponding strain below the proportional limit of a material. It is expressed in force per unit area, usually megapascals (also known as *elastic modulus* or *Young's modulus*).

NOTE A1.7—The stress-strain relations of many plastics do not conform to Hooke's law throughout the elastic range but deviate therefrom even at stresses well below the elastic limit. For such materials the slope of the tangent to the stress-strain curve at a low stress is usually taken as the modulus of elasticity. Since the existence of a true proportional limit in plastics is debatable, the propriety of applying the term "modulus of elasticity" to describe the stiffness or rigidity of a plastic has been seriously questioned. The exact stress-strain characteristics of plastic materials are very dependent on such factors as rate of stressing, temperature, previous specimen history, etc. However, such a value is useful if its arbitrary nature and dependence on time, temperature, and other factors are realized.

 D 638M

A1.17 *secant modulus*—the ratio of stress (nominal) to corresponding strain at any specified point on the stress-strain curve. It is expressed in force per unit area, usually megapascals and reported together with the specified stress or strain.

NOTE A1.8—This measurement is usually employed in place of modulus of elasticity in the case of materials whose stress-strain diagram does not demonstrate proportionality of stress to strain.

A1.18 *percent reduction of area (nominal)*—the difference between the original cross-sectional area measured at the point of rupture after breaking and after all retraction has ceased, expressed as a percent of the original area.

A1.19 *percent reduction of area (true)*—the difference between the original cross-sectional area of the test specimen and the minimum cross-sectional area within the gage boundaries prevailing at the moment of rupture, expressed as a percent of the original area.

A1.20 *rate of loading*—the change in tensile load carried by the specimen per unit time. It is expressed in force per unit time, usually newtons per minute. The initial rate of loading can be calculated from the initial slope of the load versus time diagram.

A1.21 *rate of stressing (nominal)*—the change in tensile stress (nominal) per unit time. It is expressed in force per unit area per unit time, usually megapascals per minute. The initial rate of stressing can be calculated from the initial slope of the tensile stress (nominal) versus time diagram.

NOTE A1.9—The initial rate of stressing as determined in this manner has only limited physical significance. It does, however, roughly describe the average rate at which the initial stress (nominal) carried by the test specimen is applied. It is affected by the elasticity and flow characteristics of the materials being tested. At the yield point, the rate of stressing (nominal) may become zero, but the rate of stressing (true) may continue to have a positive value if the cross-sectional area is decreasing.

A1.22 *rate of straining*—the change in tensile strain per unit time. It is expressed either as strain per unit time, usually metres per metre minute, or percent elongation per unit time, usually percent elongation per minute. The initial rate of straining can be calculated from the initial slope of the tensile strain-versus-time diagram.

NOTE A1.10—The initial rate of straining is synonymous with the rate of crosshead movement divided by the initial distance between crossheads only in a machine with constant-rate-of-crosshead movement and when the specimen has a uniform original cross-section, does not "neck down" and does not slip in the jaws.

A1.23 *Symbols*—The following symbols may be used for the above terms:

SYMBOL	TERM
W	Load
ΔW	Increment of load
L	Distance between gage marks at any time
L_0	Original distance between gage marks
L_u	Distance between gage marks at moment of rupture
ΔL	Increment of distance between gage marks = elongation
A	Minimum cross-sectional area at any time
A_0	Original cross-sectional area
ΔA	Increment of cross-sectional area
A_u	Cross-sectional area at point of rupture measured after break specimen
A_T	Cross-sectional area at point of rupture, measured at the moment rupture
t	Time
Δt	Increment of time
σ	Tensile stress
$\Delta \sigma$	Increment of stress
σ_T	True tensile stress
σ_T	Tensile strength at break (nominal)
σ_{UT}	Tensile strength at break (true)
ϵ	Strain
$\Delta \epsilon$	Increment of strain
ϵ_U	Total strain at break
ϵ_T	True strain
$\% El$	Percent elongation
Y.P.	Yield point
E	Modulus of elasticity

A1.23.1 Relations between these various terms may be defined as follows:

$$\sigma = W/A_0$$

$$\sigma_T = W/A$$

$$\sigma_U = W/A_0 \text{ (where } W \text{ is breaking load)}$$

$$\sigma_{UT} = W/A_T \text{ (where } W \text{ is breaking load)}$$

$$\epsilon = \Delta L/L_0 = (L - L_0)/L_0$$

$$\epsilon_U = (L_u - L_0)/L_0$$

$$\epsilon_T = \int_{L_0}^L dL/L = \ln L/L_0$$

$$\% El = [(L - L_0)/L_0] \times 100 = \epsilon \times 100$$

$$\text{Percent reduction of area (nominal)} = [(A_0 - A_u)/A_0] \times 100$$

$$\text{Percent reduction of area (true)} = [(A_0 - A_T)/A_0] \times 100$$

$$\text{Rate of loading} = \Delta W/\Delta t$$

$$\text{Rate of stressing (nominal)} = \Delta \sigma/\Delta t = (\Delta W/A_0)/\Delta t$$

$$\text{Rate of straining} = \Delta \epsilon/\Delta t = (\Delta L/L_0)/\Delta t$$

For the case where the volume of the test specimen does not change during the test, the following three relations hold

$$\sigma_T = \sigma(1 + \epsilon) = \sigma L/L_0$$

$$\sigma_{UT} = \sigma_U(1 + \epsilon_U) = \sigma_U L_u/L_0$$

$$A = A_0/(1 + \epsilon)$$

 D 638M

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

X1. TOE COMPENSATION

X1.1 In a typical stress-strain curve (Fig. X1.1) there is a toe region, AC , which does not represent a property of the material. It is an artifact caused by a takeup of slack, and alignment or seating of the specimen. In order to obtain correct values of such parameters as modulus, strain, and offset yield point, this artifact must be compensated for to give the corrected zero point on the strain or extension axis.

X1.2 In the case of a material exhibiting a region of Hookean (linear) behavior (Fig. X1.1), a continuation of the linear (CD) region of the curve is constructed through the zero-stress axis. This intersection (B) is the corrected zero-strain point from which all extensions or strains must be measured, including the yield offset (BE), if applicable. The elastic modulus can be determined by dividing the stress at any point along the line CD (or its extension) by the strain at

the same point (measured from point B , defined as zero-strain).

X1.3 In the case of a material which does not exhibit any linear region (Fig. X1.2), the same kind of toe correction of the zero-strain point can be made by constructing a tangent to the maximum slope at the inflection point (H'). This is extended to intersect the strain axis at point B' , the corrected zero-strain point. Using point B' as zero strain, the stress at any point (G') on the curve can be divided by the strain at that point to obtain a secant modulus (slope of line $B'G'$). For these materials with no linear region, any attempt to use the tangent through the inflection point as a basis for determination of an offset yield point may result in unacceptable error.

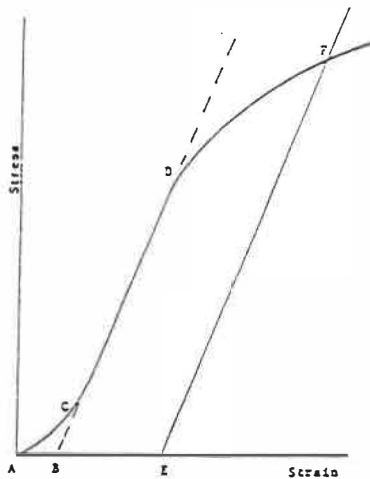


FIG. X1.1 Material with Hookean Region

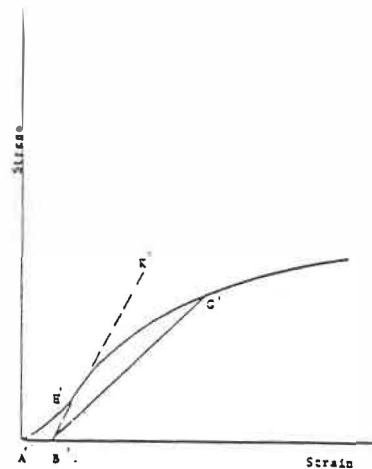


FIG. X1.2 Material with No Hookean Region
(Note that some chart recorders plot the mirror image of these graphs.)

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

ANNEXE B

EXTRAIT DE LA NORME D1708-84

Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics By Use of Microtensile Specimens¹

This standard is issued under the fixed designation D 1708; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This method has been approved for use by agencies of the Department of Defense and for listing in the DoD Index of Specifications and Standards.

1. Scope

1.1 This test method exists only for reference by certain material specifications for which a history of data has been obtained using the standard microtensile test specimen. This specimen has been found to fail prematurely in the fillet area for both brittle and ductile materials.² This test method has, therefore, been superseded for general use by either Test Methods D 882 or D 638. The very small Type V specimen in Test Method D 638 is the recommended specimen when limited amounts of material are available.

1.2 This test method covers the determination of the comparative tensile strength and elongation properties of plastics in the form of standard microtensile test specimens when tested under defined conditions of pretreatment, temperature, humidity, and testing machine speed. It can be used for specimens of any thickness up to 3.2 mm ($\frac{1}{8}$ in.), including thin films.

1.3 This test method cannot be used for the determination of modulus of elasticity. For the determination of modulus, see Test Method D 638 or D 882.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard.

1.5 *This standard may involve hazardous materials, operations, and equipment. This standard does not purport to address all of the safety problems associated with its use. It is the responsibility of whoever uses this standard to consult and establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

D 618 Methods of Conditioning Plastics and Electrical Insulating Materials for Testing³

D 638 Test Method for Tensile Properties of Plastics³

D 882 Test Methods for Tensile Properties of Thin Plastic Sheetings³

D 4066 Specifications for Nylon Injection and Extrusion Materials⁴

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-20 on Plastics and is the direct responsibility of Subcommittee D20.10 on Mechanical Properties.

Current edition approved July 27, 1984. Published September 1984. Originally published as D 1708 - 59 T. Last previous edition D 1708 - 79.

² Supporting data are available from ASTM Headquarters. Request RR. D-20-11069.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.01

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 08.03

3. Significance and Use

3.1 This test method provides data for quality control and acceptance or rejection under specifications.

4. Definitions

4.1 Definitions of terms applying to this test method appear in the Annex to Test Method D 638.

5. Apparatus

5.1 The apparatus shall be as specified in Test Method D 638, with the following exceptions:

5.1.1 *Grips*—Serrated grips should be used with care, since yielding or tearing at the grips may interfere with measurement of elongation even when the specimen breaks in the reduced section. Rubber-faced grips are recommended for thin specimens. Self-tightening grips of the "V"-design type are not satisfactory for this test because of the change in grip separation that occurs as they bite on the specimen. If the specimen tab is not long enough to prevent the grip faces from cocking, shims should be inserted to provide more uniform clamping.

5.1.2 *Drive Mechanism*—The velocity of the drive mechanism shall be regulated as specified in Section 9.

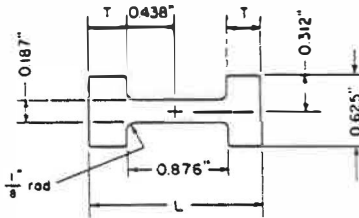
5.1.3 The fixed and movable members, drive mechanism, and grips should be constructed of such materials and in such proportions that, after grip slack is taken up, the total elastic longitudinal deformation of the system constituted by these parts does not exceed 1 % of the total longitudinal deformation between the grips at any time during the test. If this is not possible, appropriate corrections shall be made in the calculation of strain values.

5.1.4 *Extension Indicator*—The extension indicator shall be capable of determining the distance between grips at any time during the test. The instrument shall be essentially free of inertia lag at the specified speed of testing, and shall be accurate to ± 1 % of extension or better.

NOTE 1—It is desirable that the load indicator and the extension indicator be combined into one instrument, which automatically records the load as a function of the extension or as a function of time. In the latter case, the conversion to a load-extension record can readily be made because extension is proportional to time after the take-up of the initial grip slack.

NOTE 2—Extension may also be measured by timing the test with a stop watch and calculating the distance of crosshead movement during that time. Time shall be taken from the instant that the machine records a load on the specimen to the instant the specimen breaks.

5.1.5 *Micrometers*—Micrometers shall read to 0.0025 mm (0.0001 in.) or less.

 D 1708


Tolerance: ± 0.051 mm (± 0.002 in.)
 Thickness = thickness of sheet.
 Minimum tab length, $T = 7.9$ mm (0.312 in.) (Larger tabs shall be used wherever possible.)
 Minimum length, $L = 38.1$ mm (1.50 in.)

Table of Metric Equivalents

in.	mm
1/8	3.2
0.187	4.75
0.438	11.13
0.312	7.92
0.625	15.88
0.876	22.25

FIG. 1. Microtensile Test Specimen

6. Test Specimens

6.1 Microtensile test specimens shall conform to the dimensions shown in Fig. 1. This specimen shall be prepared by die-cutting or machining from sheet, plate, slab, or finished article. Dimensions of a die suitable for preparing die-cut specimens are shown in Fig. 2.

6.2 All surfaces of the specimen shall be free of visible flaws, scratches, or imperfections. Marks left by coarse machining operations shall be carefully removed with a fine file or abrasive, and the filed surfaces shall then be smoothed with abrasive paper (No. 00 or finer). The finishing sanding strokes shall be made in the direction parallel to the long axis of the test specimen.

NOTE 3—Tabs shown in Fig. 1 are minimum size for adequate gripping. Shims may be required with thicker specimens to keep grips from cocking. Handling is facilitated and gripping improved by the use of larger tabs wherever possible.

7. Conditioning

7.1 *Conditioning*—Condition the test specimens at $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity for not less than 40 h prior to test in accordance with Procedure A of Methods D 618 for those tests where conditioning is required. In cases of disagreement, the tolerances shall be $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 1.8^\circ\text{F}$) and $\pm 2\%$ relative humidity.

7.1.1 Note that for some hygroscopic materials, such as nylons, the material specifications (for example, Specification D 4066) call for testing "dry as-molded specimens". Such requirements take precedence over the above routine preconditioning to 50% RH and require sealing the specimens in water vapor-impermeable containers as soon as molded and not removing them until ready for testing.

7.2 *Test Conditions*—Conduct tests in the Standard Laboratory Atmosphere of $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ($73.4 \pm 3.6^\circ\text{F}$) and $50 \pm 5\%$ relative humidity, unless otherwise specified in the test methods. In cases of disagreements, the tolerances shall be

$\pm 1^\circ\text{C}$ ($\pm 1.8^\circ\text{F}$) and $\pm 2\%$ relative humidity.

8. Number of Test Specimens

8.1 At least five specimens shall be tested for each sample in the case of isotropic materials.

8.2 Ten specimens, five normal to and five parallel to the principal axis of anisotropy, shall be tested for each sample in the case of anisotropic materials.

8.3 Results obtained on specimens that break at some obvious fortuitous flaw or at the edge of the grips shall be discarded and retests made, unless such flaws constitute a variable, the effect of which it is desired to study.

9. Speed of Testing

9.1 Speed of testing is the velocity of separation of the two members (or grips) of the testing machine when running idle (under no load).

9.2 The speed of testing shall be chosen such that the rate of straining shall be approximately the same as the rate of straining obtained when the material is tested at the designated speed according to Test Method D 638. Speeds giving rates of straining approximating those given in Test Method D 638 are as follows:

Speed A	0.25 mm (0.01 in.)/min
Speed B	1 to 1.3 mm (0.04 to 0.05 in.)/min
Speed C	10 to 13 mm (0.4 to 0.5 in.)/min
Speed D	100 to 130 mm (4 to 5 in.)/min

These speeds are 0.20 to 0.25 times the speeds designated in Test Method D 638, since the effective gage length of bars specified in the latter test method is 4 to 5 times that of the microtensile specimens. When the speed of testing is not specified, Speed B shall be used.

10. Procedure

10.1 Specimens shall be tested at the Standard Laboratory Atmosphere as defined in Methods D 618.

10.2 Measure and record the minimum value of the cross-sectional area of each specimen. Measure the width to the nearest 0.025 mm (0.001 in.), and the thickness to the nearest 0.0025 mm (0.0001 in.) for specimens less than 2.5 mm (0.1 in.) thick, or to the nearest 0.025 mm (0.001 in.) for specimens 2.5 mm (0.1 in.) or greater in thickness.

10.3 Set the testing machine so that the distance between the grips is 22.9 ± 0.25 mm (0.900 ± 0.010 in.).

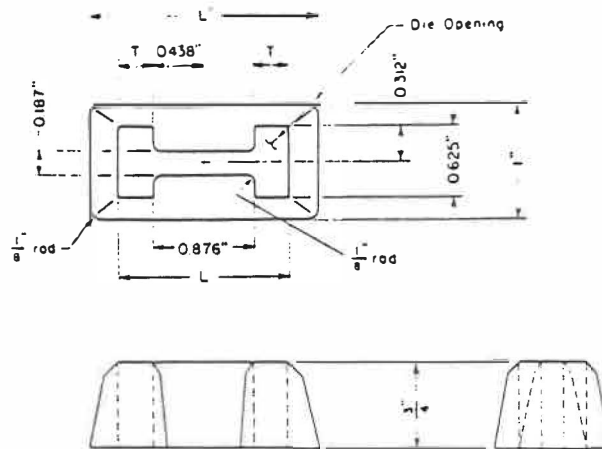
NOTE 4—This may easily be checked by the use of a 22.86-mm (0.900-in.) gage block or a pair of inside calipers.

10.4 Place the specimen in the grips of the testing machine with the inside edge of each tab visible at the edge of the grip, taking care to align the long axis of the specimen and the grip with an imaginary line joining the points of attachment of the grips to the machine. Tighten the grips evenly and firmly to the degree necessary to prevent slippage of the specimen during the test, but not to the point where the specimen would be crushed.

10.5 Set the speed control at the speed desired (9.2) and start the machine.

10.6 Record the load at the yield point (if one exists), the maximum load carried by the specimen during the test, the load at rupture, and the elongation (extension between grips) at the moment of rupture.

ASTM D 1708



Material: Tool steel. Rockwell hardness = C 50 to C 55.

Tolerance: 0.051 mm (± 0.002 in.)

Dimensions of T and L as in Fig. 1. L' as determined by L.

NOTE—Dimensions of die opening are inside dimensions. Where dimensions and angles are not shown, tool maker make to suit. Die edges to have no nicks or marks.

Table of Metric Equivalents

in.	1/8	0.187	0.312	0.438	0.625	3/4	0.876	1
mm	3.2	4.75	7.92	11.13	15.88	19.05	22.25	25.4

FIG. 2 Die for Die-Cutting Microtensile Specimens

11. Calculations

11.1 *Yield Strength, Tensile Strength, and Tensile Strength at Break*—Calculate the yield strength, tensile strength, and tensile strength at break in accordance with Test Method D 638.

11.2 *Percentage Elongation at Break*—Calculate the percentage elongation at break by dividing the elongation (extension) at the moment of rupture of the specimen by the original distance between tabs 22.250 ± 0.051 mm (0.876 ± 0.002 in.), and multiplying by one hundred. Report the percentage elongation to two significant figures.

11.3 *Percentage Elongation at the Yield Point*—Calculate the percentage elongation at the yield point, if desired, by dividing the elongation (extension) at the yield point by the original distance between tabs 22.250 ± 0.051 mm (0.876 ± 0.002 in.), and multiplying by one hundred.

11.4 Calculate the "average value" and standard deviation for each property in accordance with Test Method D 638.

12. Report

12.1 Results of this test method shall not be reported as having been obtained in accordance with Test Method D 882 or D 638 regardless of any modifications that might be made

to simulate those testing parameters.

12.2 The report shall include the following:

12.2.1 Complete identification of the material tested including type, source, manufacturer's code numbers, form, principal dimensions, previous history, and other pertinent information.

12.2.2 Method of preparing test specimens,

12.2.3 Specimen thickness,

12.2.4 Conditioning procedure used,

12.2.5 Atmospheric conditions in test room,

12.2.6 Number of specimens tested,

12.2.7 Speed of testing,

12.2.8 Yield strength (if any), average value, and standard deviation.

12.2.9 Tensile strength, average value, and standard deviation.

12.2.10 Tensile strength at break, average value, and standard deviation.

12.2.11 Percentage elongation at break, average value and standard deviation.

12.2.12 Percentage elongation at the yield point, average value, and standard deviation (if desired), and

12.2.13 Date of test.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 1916 Race St., Philadelphia, PA 19103.

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL



3 9334 00290832 3

C
U
L
E