

NORME
INTERNATIONALE

ISO
306

Troisième édition
1994-08-01

**Plastiques — Matières
thermoplastiques — Détermination de la
température de ramollissement Vicat (VST)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Plastics — Thermoplastic materials — Determination of Vicat softening
temperature (VST)*

ISO 306:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec-e21bc0e4849b/iso-306-1994>



Numéro de référence
ISO 306:1994(F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 306 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 306:1987), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Plastiques — Matières thermoplastiques — Détermination de la température de ramollissement Vicat (VST)

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit quatre méthodes de détermination de la température de ramollissement Vicat (VST) des thermoplastiques:

- Méthode A50 utilisant une charge de 10 N et une vitesse de chauffe de 50 °C/h
- Méthode B50 utilisant une charge de 50 N et une vitesse de chauffe de 50 °C/h
- Méthode A120 utilisant une charge de 10 N et une vitesse de chauffe de 120 °C/h
- Méthode B120 utilisant une charge de 50 N et une vitesse de chauffe de 120 °C/h

1.2 Les méthodes prescrites sont seulement applicables aux thermoplastiques pour lesquels elles permettent de mesurer la température à laquelle leur ramollissement devient rapide.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes

indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

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

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

ISO 294:—¹⁾, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques.*

ISO 2818:—²⁾, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.*

ISO 3167:1993, *Plastiques — Éprouvettes à usages multiples.*

3 Principe

Détermination de la température à laquelle un pénétrateur normalisé, soumis à l'une des charges indiquées en 1.1, s'enfonce de 1 mm dans la surface de l'éprouvette de plastique, quand la température est élevée à une vitesse constante.

La température à laquelle la pénétration est de 1 mm est appelée VST, en degrés Celsius.

4 Appareillage

L'appareillage comprend essentiellement les éléments suivants.

1) À publier. (Révision de l'ISO 294:1975)
2) À publier. (Révision de l'ISO 2818:1980)

4.1 Tige, équipée d'un **plateau porte-poids** (4.4), montée dans un **équipement rigide** en métal de façon qu'elle puisse se déplacer librement dans une direction verticale, la base du montage servant de support à l'éprouvette sous la pointe du pénétrateur située à l'extrémité de la tige (voir figure 1).

Lorsque la tige et les éléments du montage n'ont pas le même coefficient de dilatation linéique d'origine thermique, leur variation différentielle de longueur entraîne une erreur dans les lectures de la déformation apparente de l'éprouvette. Un essai à blanc doit être effectué avec chaque appareil en utilisant une éprouvette en matière rigide ayant un faible coefficient de dilatation.³⁾ Cet essai doit couvrir tout le domaine de température utilisable et un terme correctif doit être déterminé à chaque température. Si le terme correctif est supérieur ou égal à 0,02 mm, son signe algébrique doit être noté et la correction doit être appliquée à chaque essai en l'ajoutant algébriquement à la valeur lue de la pénétration apparente.

Il est recommandé de construire l'appareillage avec un alliage de faible coefficient de dilatation.

4.2 Pointe de pénétrateur, en acier trempé de préférence, de longueur 3 mm et de section circulaire, d'aire $1,000 \text{ mm}^2 \pm 0,015 \text{ mm}^2$, fixée à l'extrémité de la tige (4.1). La partie inférieure du pénétrateur doit être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige, et exempte de bavures.

4.3 Micromètre à cadran étalonné (ou tout autre instrument de mesure adapté), pour mesurer à 0,01 mm près la pénétration de la pointe du pénétrateur dans l'éprouvette. La poussée du micromètre, qui contribue à celle appliquée sur l'éprouvette, doit être notée (voir 4.4).

NOTES

1 Dans certains types d'appareils, la force du ressort du micromètre à cadran est dirigée vers le haut et est retrans-

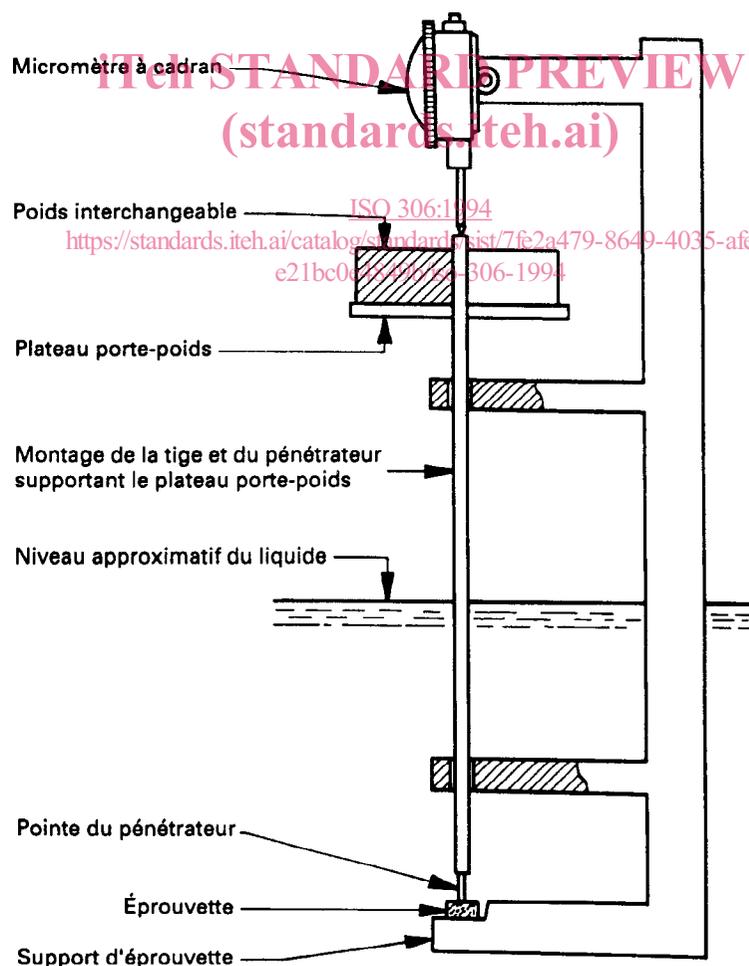


Figure 1 — Exemple d'appareillage avec bain chauffant pour la détermination de la VST

3) L'invar et le verre borosilicaté conviennent pour cet usage.

chée de la charge; dans d'autres réalisations, cette force agit vers le bas et est ajoutée à la charge.

2 Étant donné que, dans certains micromètres à cadran, la force exercée par le ressort varie considérablement dans l'étendue de la course, celle-ci est mesurée dans le domaine utile de la course.

4.4 Plateau porte-poids, fixé à la tige (4.1) et des poids appropriés déposés au centre, tels que la poussée totale appliquée à l'éprouvette puisse être ajustée à $10 \text{ N} \pm 0,2 \text{ N}$ pour les méthodes A50 et A120 et $50 \text{ N} \pm 1 \text{ N}$ pour les méthodes B50 et B120. La poussée vers le bas due à l'ensemble tige, pénétrateur, plateau porte-poids et la force du ressort du micromètre ne doit pas dépasser 1 N.

4.5 Dispositif de chauffage, constitué par un bain chauffant contenant un liquide approprié (4.5.1) ou par une étuve comportant un système de circulation forcée d'un courant d'air ou d'azote (4.5.2).

Le dispositif de chauffage doit être équipé d'un dispositif de régulation permettant d'élever la température à une vitesse uniforme de $50 \text{ °C/h} \pm 5 \text{ °C/h}$ ou de $120 \text{ °C/h} \pm 10 \text{ °C/h}$, selon les prescriptions. Cette prescription relative à l'élévation de la température doit être considérée comme étant satisfaite si la variation de température, déterminée toutes les 6 min au cours de l'essai, est égale à $5 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ ou $12 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$, respectivement.

L'appareillage peut être équipé de façon que le chauffage soit coupé automatiquement et qu'un dispositif d'alarme se déclenche lorsque l'enfoncement spécifié a été atteint (voir 7.5).

4.5.1 Bain chauffant, contenant un liquide approprié dans lequel l'éprouvette peut être immergée jusqu'à une profondeur d'au moins 35 mm. Un agitateur efficace doit être prévu. Il doit être établi que le liquide choisi est stable à la température utilisée et qu'il n'a pas d'influence sur la matière soumise à l'essai, par exemple par gonflement ou craquellement.

Lorsqu'on utilise le bain chaud, la température du liquide mesurée au voisinage de l'éprouvette sert à exprimer la VST (voir 7.5).

NOTE 3 L'huile de paraffine, l'huile de transformateur, le glycérol et les huiles de silicone sont des fluides caloporteurs appropriés, mais d'autres liquides peuvent être utilisés.

4.5.2 Étuve, équipée d'un système de circulation forcée du courant d'air ou d'azote sur une base approximative de 60 fois par minute, avec un volume d'au moins 10 litres par appareil (voir note 4), la vitesse du courant d'air ou d'azote dirigé perpendiculairement

par rapport à la surface supérieure de l'éprouvette devant être comprise entre 1,5 m/s et 2 m/s.

Les résultats de l'essai sont fonction de la vitesse à laquelle s'effectue le transfert de chaleur du courant d'air/d'azote à la surface de l'éprouvette. Étant donné les dimensions relativement réduites de l'éprouvette et du fait que la surface inférieure est en contact avec le plateau porte-poids, la température de l'air/azote ne peut pas être utilisée pour exprimer la VST.

Pour exprimer cette température, on utilise celle indiquée par un capteur monté sur la tige au voisinage du pénétrateur ou sur le support de l'éprouvette.

Pour procéder à l'étalonnage initial, il est nécessaire de vérifier par une expérience que la température indiquée par le capteur équivaut à $\pm 1 \text{ °C}$ à celle indiquée par un capteur additionnel soudé dans une éprouvette témoin.

NOTE 4 Les étuves disponibles sur le marché sont fréquemment équipées d'un système approprié assurant la circulation de l'air ou de l'azote; toutefois, si ce n'est pas le cas, le transfert de chaleur nécessaire peut être obtenu au moyen de plaques d'injection dirigeant le courant d'air ou d'azote perpendiculairement par rapport à la surface supérieure de l'éprouvette.

ISO 306:1994 4.6 Instrument de mesurage de la température.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec->

[21bc0e4840b/iso-306:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec-21bc0e4840b/iso-306:1994)

4.6.1 Pour le bain chauffant

Thermomètre à mercure en verre, du type à immersion partielle, ou tout autre instrument de mesurage de la température adéquat, ayant une étendue de mesure appropriée et une précision de $0,5 \text{ °C}$. Les thermomètres à mercure en verre doivent être étalonnés à la profondeur d'immersion prescrite en 7.2.

4.6.2 Pour l'étuve équipée d'un système de circulation d'air ou d'azote

Instrument de mesurage de la température adéquat, ayant une étendue de mesure appropriée et une précision de $0,5 \text{ °C}$. Le capteur (thermocouple ou Pt 100) doit être placé sur la tige au voisinage du pénétrateur ou sur le support de l'éprouvette (voir 4.5.2).

5 Éprouvettes

5.1 Pour chaque échantillon, au moins deux éprouvettes doivent être utilisées. Les éprouvettes doivent avoir une épaisseur comprise entre 3 mm et 6,5 mm et au moins 10 mm de côté ou 10 mm de diamètre. Leurs surfaces doivent être planes, parallèles et

exemptes de bavures. Elles doivent être obtenues conformément aux spécifications, si elles existent, pour la matière soumise à l'essai. En l'absence de telles spécifications, tout procédé approprié peut être utilisé pour la préparation des éprouvettes.

5.2 Si les échantillons soumis à l'essai se présentent sous la forme de matières à mouler (par exemple, poudre ou granulés), ils doivent être moulés en éprouvettes d'épaisseur 3 mm à 6,5 mm, conformément aux spécifications s'appliquant à la matière soumise à l'essai, ou selon l'ISO 293, l'ISO 294 ou l'ISO 3167 s'il n'existe pas de spécification de la matière. Si les Normes internationales ne sont pas applicables, tout procédé reproductible qui ne modifie pas sensiblement les propriétés de la matière peut être utilisé.

5.3 Pour les matières en plaques, l'épaisseur des éprouvettes doit être égale à l'épaisseur de la plaque, sinon comme suit.

- a) Si l'épaisseur dépasse 6,5 mm, l'éprouvette doit être ramenée à une épaisseur de 3 mm à 6,5 mm par usinage d'une seule face (voir ISO 2818), l'autre étant laissée intacte. La face d'essai doit être la face intacte.
- b) Si l'épaisseur de la plaque est inférieure à 3 mm, trois éléments, au plus, doivent être empilés en bon contact pour obtenir une épaisseur totale comprise entre 3 mm et 6,5 mm, et l'épaisseur de l'élément supérieur doit être d'au moins 1,5 mm. L'empilage des éléments à l'épaisseur inférieure ne conduit pas toujours au même résultat d'essai.

5.4 Les résultats obtenus peuvent dépendre des conditions de moulage utilisées pour la préparation des éprouvettes, quoiqu'une telle influence ne soit pas habituelle. Pour les matières dont les résultats dépendent des conditions de moulage, des modes de recuit ou de préconditionnements spéciaux peuvent être utilisés avant essai s'ils sont agréés par accord des parties intéressées.

6 Conditionnement

Sauf disposition différente prévue par spécification de la matière soumise à l'essai, les éprouvettes doivent être conditionnées conformément à l'ISO 291.

7 Mode opératoire

7.1 Placer l'éprouvette horizontalement sous la pointe du pénétrateur (4.2) de la tige non chargée (4.1). En aucun point le pénétrateur ne doit être à moins de 3 mm des bords de l'éprouvette. La surface de l'éprouvette qui est au contact du support de l'appareillage doit être plane.

7.2 Mettre l'ensemble dans l'équipement chauffant (4.5). Sa température doit être de 20 °C à 23 °C au début de chaque essai, à moins que les essais précédents n'aient montré que, pour la matière soumise à l'essai, il n'y a pas d'erreur provoquée par le commencement de l'essai à une autre température. Si le bain chauffant (4.5.1) est utilisé, le réservoir du thermomètre ou la partie sensible de l'instrument de mesure de la température (4.6.1) doit être au même niveau que l'éprouvette et aussi proche que possible de celle-ci.

7.3 Laisser le pénétrateur en position durant 5 min, ajouter sur le plateau porte-poids (4.4) le poids nécessaire pour que la poussée totale sur l'éprouvette soit de $10 \text{ N} \pm 0,2 \text{ N}$ pour les méthodes A50 et A120 et $50 \text{ N} \pm 1 \text{ N}$ pour les méthodes B50 et B120. Puis noter sur le cadran du micromètre (ou de l'autre instrument de mesure) (4.3) l'enfoncement ou ajuster l'instrument à zéro.

7.4 Élever la température du dispositif de chauffage à une vitesse constante de $50 \text{ °C/h} \pm 5 \text{ °C/h}$ ou alternativement de $120 \text{ °C/h} \pm 10 \text{ °C/h}$; si le bain chauffant est utilisé, bien agiter le liquide avant l'essai. Pour des essais de référence, une vitesse de 50 °C/h doit être utilisée.

NOTE 5 Pour certaines matières, la température de ramollissement Vicat observée à la plus haute vitesse (120 °C/h) peut être jusqu'à 10 °C supérieure.

7.5 Noter la température du bain (voir 4.6.1) ou de la sonde thermique incorporée (voir 4.6.2) à laquelle la pointe du pénétrateur a pénétré dans l'éprouvette de $1 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$ à partir de la position initiale définie en 7.3 et la noter comme la VST de l'éprouvette.

7.6 Exprimer la moyenne arithmétique des VST des éprouvettes essayées comme la VST de la matière soumise à l'essai. Si les valeurs individuelles diffèrent de plus de 2 °C, les reporter [voir article 9, h)] et recommander l'essai sur un nouveau jeu d'au moins deux éprouvettes (voir 5.1).

8 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de la matière soumise à l'essai;
- c) méthode utilisée (A50, A120, B50, ou B120);
- d) épaisseur et nombre de couches constituant les éprouvettes composites (c'est-à-dire les éprouvettes constituées de plus d'une couche) lorsqu'elles ont été utilisées;
- e) méthode de préparation des éprouvettes;
- f) milieu caloporteur utilisé;
- g) mode de conditionnement et de recuit, s'il y a lieu;
- h) température de ramollissement Vicat (VST) de la matière, en degrés Celsius (si les valeurs individuelles de deux mesures différentes plus qu'il ne l'est indiqué en 7.6, tous les résultats individuels doivent être reportés);
- i) toutes caractéristiques inhabituelles de l'éprouvette notées au cours de l'essai ou après sa sortie de l'appareillage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 306:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec-e21bc0e4849b/iso-306-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec-e21bc0e4849b/iso-306-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 306:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fe2a479-8649-4035-afec-e21bc0e4849b/iso-306-1994>

ICS 83.080.20

Descripteurs: plastique, résine thermoplastique, essai, essai de ramollissement, détermination, point de ramollissement, matériel d'essai.

Prix basé sur 5 pages
