

---

---

**Caoutchouc brut — Détermination de la  
température de transition vitreuse par  
analyse calorimétrique différentielle  
(DSC)**

*Rubber, raw — Determination of the glass transition temperature by  
differential scanning calorimetry (DSC)*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22768:2006

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-  
da446b145779/iso-22768-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-da446b145779/iso-22768-2006)



**PDF — Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22768:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-da446b145779/iso-22768-2006>

© ISO 2006

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 22768 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

ISO 22768:2006  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-da446b145779/iso-22768-2006>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22768:2006

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-  
da446b145779/iso-22768-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1439f5f2-80d8-4930-8117-da446b145779/iso-22768-2006)

# Caoutchouc brut — Détermination de la température de transition vitreuse par analyse calorimétrique différentielle (DSC)

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer du respect de la réglementation nationale en vigueur.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode utilisant un calorimètre d'analyse différentielle pour déterminer la température de transition du caoutchouc brut et des mélanges de caoutchouc.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/TR 9272:2005, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité des méthodes d'essai normalisées*

ISO 11357-1:1997, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11357-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

### 3.1

#### transition vitreuse

changement réversible dans un polymère amorphe ou dans les parties amorphes d'un polymère partiellement cristallisé, de (ou vers) l'état visqueux ou gommeux vers (ou d') un état dur ou vitreux

### 3.2

#### température de transition vitreuse

$T_g$

point situé approximativement au milieu du domaine de température dans lequel se produit la transition vitreuse

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, la température de transition vitreuse est définie comme le point d'inflexion de la courbe de DSC, obtenu à un taux de chauffe de 20 °C/min (voir 12.3).

## 4 Principe

Le changement de capacité calorifique spécifique du caoutchouc, comme fonction de la température, sous atmosphère inerte, est mesuré en utilisant un calorimètre d'analyse différentielle (DSC). La température de transition vitreuse est déterminée à partir de la courbe ainsi produite.

## 5 Appareillage et matériel

### 5.1 Calorimètre d'analyse différentielle, conforme à l'ISO 11357-1:1997, 5.1.

Il convient d'utiliser le calorimètre dans une pièce maintenue à une température normale de laboratoire. Il convient de le protéger des courants d'air, de la lumière directe du soleil et des variations rapides de température.

### 5.2 Récipient pour la prise d'essai, conformes à l'ISO 11357-1:1997, 5.2.

### 5.3 Alimentation en gaz, de qualité analytique, en général azote ou hélium.

### 5.4 Balance, capable de mesurer la masse de la prise d'essai avec une précision de $\pm 000$ 1g.

## 6 Prise d'essai

La prise d'essai doit être aussi représentative que possible de l'échantillon soumis à essai et doit avoir une masse comprise entre 0,01 g et 0,02 g.

## 7 Conditionnement

Conditionner l'échantillon et la prise d'essai conformément à l'ISO 23529-80d8-4930-8117-da446b145779/iso-22768-2006

## 8 Étalonnage

Étalonner le calorimètre conformément aux instructions du fabricant.

L'utilisation de substances de qualité analytique adéquate est recommandée afin de vérifier la précision de l'échelle de température. Idéalement, il est préférable d'utiliser des substances avec des points de fusion encadrant l'échelle de température. Le *n*-octane et le cyclohexane sont utiles dans ces conditions. Il convient d'utiliser l'indium dans le cas où une température d'étalonnage supérieure est exigée.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Débit de gaz

Le même débit de gaz inerte, avec une tolérance de  $\pm 10$  %, doit être utilisé tout au long du mode opératoire. Les débits entre 10 ml/min et 100 ml/min conviennent.

### 9.2 Chargement de la prise d'essai

Déterminer la masse de la prise d'essai avec une précision de  $\pm 001$  g. La même masse nominale doit être utilisée dans l'ensemble du protocole. La prise doit, si possible, avoir une surface plate qui permette un bon contact thermique avec le fond du récipient.

NOTE Il est essentiel de garantir un bon contact thermique entre la prise d'essai et le fond du récipient pour obtenir une bonne répétabilité.

Placer la prise dans le récipient en utilisant une pince et fermer hermétiquement avec un couvercle. Placer le récipient fermé dans le calorimètre en utilisant une pince.

Ne pas manipuler la prise d'essai ou le récipient à mains nues.

### 9.3 Balayage en température

**9.3.1** Abaisser la température à approximativement  $-140\text{ }^{\circ}\text{C}$  à une vitesse de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et maintenir cette température pendant 1 min.

NOTE Une température initiale de  $-140\text{ }^{\circ}\text{C}$  est exigée pour l'évaluation d'élastomères avec une température de transition vitreuse très basse, comme le polybutadiène à haute teneur en *cis*. Pour des élastomères avec une température de transition vitreuse supérieure, cette température initiale n'est pas nécessaire.

Il convient de choisir la température initiale de telle sorte que la courbe soit stable avant la région de transition vitreuse, par exemple de  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  à  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  environ au-dessous de la température de transition vitreuse attendue.

Dans le cas d'un appareil qui ne peut maintenir la vitesse de refroidissement exigée, il convient de le régler à une vitesse aussi proche que possible de la vitesse spécifiée.

**9.3.2** Démarrer le balayage à une vitesse de chauffe de  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , chauffant jusqu'à une température d'environ  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  supérieure à la limite haute de la région de transition vitreuse.

NOTE La plupart des instruments peuvent être programmés pour reproduire automatiquement le cycle thermique choisi.

## 10 Expression des résultats

Déterminer la température de transition vitreuse à partir du point d'inflexion de la courbe de transition, en utilisant le logiciel de l'appareil.

NOTE Dans le cas où la température de transition vitreuse doit être déterminée directement à partir de la courbe, l'étude de la dérivée de la courbe donne une meilleure indication de la position du point d'inflexion.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les éléments suivants:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) la masse de l'échantillon en grammes;
- d) le type d'appareillage DSC utilisé;
- e) le type de gaz inerte et le débit;
- f) les étalons utilisés;
- g) le cycle thermique utilisé;
- h) la valeur de  $T_g$  en degrés Celsius et la courbe DSC complète;
- i) la date de l'essai.

## 12 Fidélité

### 12.1 Généralités

**12.1.1** Le programme d'essais interlaboratoires (ITP) pour l'évaluation de la fidélité de la  $T_g$  a été effectué en 2004, en utilisant les procédures et les principes énoncés dans la version révisée de l'ISO/TR 9272:2005 (cette

norme révisée était en cours de vote au moment de l'ITP). Se référer à la version révisée pour d'autres informations et la terminologie relative à l'évaluation de la fidélité.

**12.1.2** L'ITP a été effectué sur la base de quatre mélanges, NdBR (neodymium-catalysed high-*cis* BR), SBR 1502, SBR 1721 et OESSBR. Ceux-ci représentent des variations de  $T_g$  entre  $-100\text{ }^\circ\text{C}$  et  $-20\text{ }^\circ\text{C}$ . Trente laboratoires ont participé à ces essais et une fidélité de Type 1 a été déterminée. Chaque essai représente une détermination ou mesure de la  $T_g$  en utilisant la procédure DSC telle que décrite dans la présente Norme internationale. Deux mesures de  $T_g$  ont été effectuées sur deux journées, à une semaine d'intervalle. Les mesures ont été réalisées à  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  et à  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  lors de chaque journée. Les valeurs de  $T_g$  ont été converties en kelvins pour les besoins de l'analyse. Cela évite d'avoir des valeurs négatives dans les algorithmes de calcul et, surtout, permet d'obtenir des valeurs moyennes (de  $T_g$ ) qui ne sont pas proches de zéro, ce qui rend la précision relative (en pourcent) significative pour l'ensemble des mélanges, en évitant des valeurs élevées de pourcentage.

**12.1.3** La fidélité des résultats, telle que déterminée dans ces essais, ne peut pas être appliquée à l'acceptation ou au rejet d'échantillons provenant d'un groupe de matériaux ou produits, quels qu'ils soient, sans un justificatif indiquant que les résultats de cette évaluation de la fidélité s'appliquent effectivement aux produits ou matériaux considérés.

## 12.2 Résultats de fidélité

**12.2.1** Les résultats de fidélité sont donnés dans le Tableau 1 pour chacun des quatre mélanges et pour les deux vitesses de  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  et de  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ . Ces résultats ont été obtenus en utilisant la procédure de suppression des résultats aberrants, telle que décrite dans l'ISO/TR 9272:2005. Le Tableau 1 donne le nombre de laboratoires restant dans la base de données après avoir supprimé ceux donnant des résultats aberrants dans le cadre de l'évaluation de la précision. Des informations à caractère général sur l'utilisation des résultats de fidélité sont données en 12.2.2. Elles sont données tant en termes de fidélité absolue,  $r$  ou  $R$ , qu'en termes de fidélité relative, ( $r$ ) et ( $R$ ).

**12.2.2** Les informations sur la répétabilité et la reproductibilité sont données comme suit.

- a) **Répétabilité:** La répétabilité, ou précision à caractère local, pour l'ensemble des matériaux (élastomères) a été établie à partir des valeurs données dans le Tableau 1, pour l'ensemble des matériaux listés dans le tableau. Deux résultats d'essais (obtenus en appliquant correctement la méthode de la présente Norme internationale) qui diffèrent des valeurs tabulées de la valeur  $r$ , en unités de mesure, ou bien de la valeur ( $r$ ), en pourcentage, doivent être considérés comme suspects, c'est-à-dire provenant de populations différentes. Une telle conclusion suggère que des investigations adéquates soient entreprises.
- b) **Reproductibilité:** La reproductibilité, ou précision à caractère global, pour l'ensemble des matériaux a été établie, à partir des valeurs données dans le Tableau 1, pour l'ensemble des matériaux listés dans le tableau. Deux résultats d'essais (obtenus en appliquant correctement la méthode de la présente Norme internationale) qui diffèrent des valeurs tabulées de la valeur  $R$ , en unités de mesure, ou bien de la valeur ( $R$ ), en pourcentage, doivent être considérés comme suspects, c'est-à-dire provenant de populations différentes. Une telle conclusion suggère que des investigations adéquates soient entreprises.

**12.2.3 Commentaires complémentaires de l'analyse:** La dernière colonne du Tableau 1, donnant le nombre de laboratoires inclus dans la base de données utilisée pour les calculs définitifs, montre qu'un nombre important de résultats suspects de laboratoires ont été supprimés des données. Le nombre définitif de laboratoires ayant soumis à essai le NdBR est faible, car certains laboratoires n'ont pas fourni de données. Il est apparu des variations au niveau de la précision parmi les valeurs rejetées, mais, dans l'ensemble (moyenne pour les quatre élastomères), la répétabilité,  $r$ , a été réduite d'un facteur ( $r_{\text{final}}/r_{\text{orig}}$ ) de 0,56 pour  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  et de 0,46 pour  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , après suppression des valeurs aberrantes. Dans le même ordre d'idées, la reproductibilité,  $R$ , a été réduite d'un facteur 0,71 pour les deux vitesses  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , après suppression des valeurs aberrantes. Certains laboratoires présentent une faible répétabilité ou une faible reproductibilité ou bien les deux.

Il n'apparaît pas de différences substantielles, en termes de précision, entre les vitesses  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ . La répétabilité,  $r$ , obtenue à  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  est supérieure de 9 % à celle obtenue à  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , alors que la reproductibilité,  $R$ , obtenue à  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  est inférieure de 3 % à celle obtenue à  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ .



La fidélité définitive, telle qu'indiquée dans le Tableau 1, représente la fidélité de la majorité des laboratoires participant à l'ITP. Ces derniers peuvent être considérés comme constituant un noyau de laboratoires avec un haut niveau de qualité d'essai qui constitue de fait une référence pour la propriété mesurée.

**12.2.4 Biais:** Le biais est la différence entre la valeur moyenne mesurée et la valeur de référence (ou vraie valeur). Les valeurs de référence pour cette méthode d'essai n'existent pas et, de ce fait, le biais ne peut être évalué.

**Tableau 1 — Fidélité de la mesure de transition vitreuse**

Matériau	Moyenne		Intralaboratoire			Interlaboratoires			Nombre de laboratoires <sup>a</sup>
	°C	K	$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )	
Mesures à 10 °C/min									
1 — NdBR	-106,3	166,7	0,379	1,06	0,64	1,531	4,29	2,57	20
2 — SBR 1502	-54,5	218,5	0,382	1,07	0,49	1,160	3,25	1,49	25
3 — SBR 1721	-34,3	238,7	0,408	1,14	0,48	1,417	3,97	1,66	24
4 — OESSBR	-24,3	248,7	0,245	0,69	0,28	1,449	4,06	1,63	23
Pondération ou valeur moyenne <sup>b</sup>			0,354	0,990	0,473	1,39	3,89	1,84	
Mesures à 20 °C/min									
1 — NdBR	-104,8	168,2	0,273	0,76	0,45	1,418	3,97	2,36	19
2 — SBR 1502	-52,7	220,3	0,462	1,29	0,59	1,431	4,01	1,82	27
3 — SBR 1721	-32,2	240,8	0,372	1,04	0,43	1,164	3,26	1,35	22
4 — OESSBR	-21,9	251,1	0,190	0,53	0,21	1,724	4,83	1,92	24
Pondération ou valeur moyenne <sup>b</sup>			0,324	0,908	0,420	1,43	4,02	1,86	
NOTE 1 Notations utilisées:									
$s_r$ = écart-type dans un même laboratoire (dans l'unité de mesure)									
$r$ = répétabilité (dans l'unité de mesure)									
$(r)$ = répétabilité (en pourcentage de la valeur moyenne) exprimée en kelvins									
$s_R$ = écart-type entre laboratoires (pour l'ensemble des laboratoires et dans l'unité de mesure)									
$R$ = reproductibilité (dans l'unité de mesure)									
$(R)$ = reproductibilité (en pourcentage de la valeur moyenne), exprimée en kelvins									
NOTE 2 La précision relative entre les paramètres, ( $r$ ) et ( $R$ ), est calculée à partir des valeurs de $T_g$ en kelvins.									
<sup>a</sup> Nombre de laboratoires effectifs après suppression des laboratoires ayant fourni des données suspectes; méthode des trois étapes; 30 laboratoires participants au total.									
<sup>b</sup> Valeurs moyennes simples.									

### 12.3 Conclusions

La température de transition vitreuse déterminée à une vitesse de chauffage de 20 °C/min est supérieure d'environ 2 °C à celle obtenue à une vitesse de chauffage de 10 °C/min. Le choix d'une vitesse de chauffage de 10 °C/min ou de 20 °C/min n'entraîne aucune différence significative pour la fidélité de la méthode. Donc, dans un but de commodité, la vitesse la plus rapide a été choisie.