
NORME INTERNATIONALE



306

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

Matières plastiques — Détermination de la température de ramollissement Vicat des thermoplastiques

Plastics — Determination of the Vicat softening temperature of thermoplastics

Première édition — 1974-12-01

CDU 678.073 : 620.192.2

Réf. N° : ISO 306-1974 (F)

Descripteurs : matière plastique, résine thermoplastique, essai, essai physique, température, point de ramollissement, matériel d'essai.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 306 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, et soumise aux Comités Membres en décembre 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Israël	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
Finlande	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 306-1968.

Matières plastiques — Détermination de la température de ramollissement Vicat des thermoplastiques

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes de détermination de la température de ramollissement Vicat des thermoplastiques soumis à une compression :

- la méthode A, utilisant une charge de 9,81 N (1 kgf);
- la méthode B, utilisant une charge de 49,05 N (5 kgf).

1.2 Ces deux méthodes ne sont applicables qu'aux thermoplastiques; dans ce cas, elles permettent une mesure de la température à partir de laquelle un ramollissement rapide est observé.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 293, *Matières plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

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

3 PRINCIPE

Détermination de la température à laquelle un pénétrateur normalisé, supportant l'une des charges indiquées en 1.1, pénètre de 1 mm dans une éprouvette de plastique, la température augmentant linéairement en fonction du temps pendant la durée de l'essai.

La température correspondant à la pénétration de 1 mm est appelée température de ramollissement Vicat; sa valeur est exprimée en degrés Celsius.

4 APPAREILLAGE

L'appareillage comporte essentiellement les éléments suivants :

4.1 Une **tige**, munie d'un plateau porte-charge, maintenue dans un bâti métallique rigide de telle sorte qu'elle puisse s'y déplacer librement dans le sens vertical, le pied du bâti servant d'appui à l'éprouvette placée sous le pénétrateur à l'extrémité de la tige (voir figure).

4.2 Un **pénétrateur**, de préférence en acier trempé, de 3 mm de long, de section droite circulaire de $1,000 \pm 0,015$ mm²

de surface, placé à l'extrémité inférieure de la tige. La surface de l'extrémité inférieure du pénétrateur doit être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige, et exempte de bavures.

4.3 Un **micromètre à cadran**, (ou tout autre appareil de mesure approprié), gradué en 0,01 mm, pour mesurer l'enfoncement du pénétrateur dans l'éprouvette. La poussée exercée par le micromètre, qui contribue à la charge appliquée sur l'éprouvette, doit être connue et doit satisfaire aux spécifications données en 4.4.

4.4 Un **plateau porte-charge**, adapté à la tige (4.1), et des poids convenables disposés au centre de telle façon que la charge totale s'exerçant sur l'éprouvette puisse être ajustée à une valeur comprise entre 9,81 N (1 000 gf) et 10,30 N (1 050 gf) pour la méthode A, et entre 49,05 N (5 000 gf) et 49,54 N (5 050 gf) pour la méthode B. La masse totale de la tige, du pénétrateur et du plateau porte-charge ne doit pas dépasser 100 g.

NOTE — L'appareillage doit être construit de telle sorte que, dans l'intervalle de température envisagé, l'écart dû à la dilatation thermique différentielle du système et relevé sur le cadran du micromètre n'excède pas 0,02 mm lorsque l'éprouvette à examiner est remplacée par une pièce en verre au borosilicate ou en acier allié à faible coefficient de dilatation thermique.

Il est recommandé de construire l'appareil en un alliage à faible coefficient de dilatation thermique.

4.5 Un **bac de chauffage**, renfermant un liquide approprié (voir notes 1 et 2, ci-dessous). L'appareil doit y être immergé de telle manière que l'éprouvette soit au moins à 35 mm au-dessous du niveau du liquide. Une agitation efficace doit être prévue. Le bac de chauffage doit être équipé d'un système de régulation approprié permettant de faire croître la température du liquide à une vitesse uniforme de 50 ± 5 °C/h, ou de 120 ± 5 °C/h (voir note 3, ci-dessous). Ces vitesses d'augmentation de la température sont considérées comme atteintes, si pendant chaque intervalle de 5 min au cours de l'essai la variation de température est comprise dans les limites spécifiées.

4.6 Un **thermomètre à mercure**, en verre (ou tout autre appareil valable de mesure de température) comportant une échelle d'étendue convenable graduée au moins en 0,5 °C. L'erreur de l'échelle ne doit en aucun point excéder 0,5 °C.

NOTES

1 L'huile de vaseline, l'huile pour transformateurs, la glycérine et les huiles de silicone peuvent constituer des milieux calorifiques

convenables; mais d'autres liquides peuvent aussi être utilisés. En tous les cas, il faut s'assurer que le liquide choisi est stable aux températures utilisées, et n'altère pas le produit examiné.

2 Si on ne peut pas trouver de liquide convenable comme milieu calorifique, selon les indications de la note 1, il faut alors utiliser un mode de chauffage différent, avec éventuellement l'air comme milieu calorifique, si cela convient. Si l'air est utilisé comme milieu calorifique, il faut noter que la température de ramollissement peut être entachée d'erreurs, à moins qu'on ne prenne soin de corriger une différence possible entre la température de l'air et la température de l'éprouvette.

3 L'élévation de la température à vitesse constante peut être obtenue par commande de la puissance de chauffage, manuelle ou automatique, ce dernier moyen étant vivement recommandé. Un mode opératoire donnant des résultats satisfaisants consiste à utiliser un thermoplongeur réglé pour produire la vitesse voulue d'élévation de la température depuis la température initiale de l'essai, et ensuite à faire croître la puissance calorifique (soit à l'aide du thermoplongeur lui-même, soit à l'aide d'un dispositif de chauffage subsidiaire) par réglage d'un rhéostat ou d'un transformateur à rapport variable.

4 Il est recommandé d'avoir un serpentín de refroidissement dans le liquide du bain de chauffage, de manière à réduire le temps nécessaire pour abaisser la température entre deux essais consécutifs. Ce serpentín doit être retiré ou vidangé avant de commencer un nouvel essai, car l'ébullition du liquide employé pour le refroidissement peut affecter la vitesse d'élévation de la température.

5 ÉPROUVETTES

5.1 Utiliser deux éprouvettes pour examiner chaque échantillon.

Les éprouvettes doivent avoir une épaisseur comprise entre 3 et 6 mm, et une surface d'au moins 10 mm X 10 mm. Leurs faces doivent être raisonnablement planes et parallèles et exemptes de bavure. Elles doivent être préparées selon les spécifications relatives au produit soumis à l'essai, ou à celles concernant la préparation des éprouvettes. À défaut de telles spécifications, un procédé quelconque de préparation des éprouvettes peut être utilisé.

5.2 Si les échantillons soumis à l'essai sont sous forme de matières à mouler (poudre ou granulés par exemple), les mouler en éprouvettes de 3 mm d'épaisseur, selon les spécifications relatives au produit soumis à l'essai, ou selon ISO/R 293 ou R 294. À défaut de telles spécifications, ou si celles-ci ne sont pas applicables, tout autre mode opératoire reproductible et modifiant le moins possible les propriétés de la matière peut être utilisé.

5.3 Dans le cas de produits sous forme de feuilles, l'épaisseur des éprouvettes doit être égale à l'épaisseur de la feuille elle-même. Cependant,

a) si l'épaisseur excède 6 mm, réduire l'épaisseur des éprouvettes à 3 mm environ, par usinage d'une seule face, l'autre restant intacte;

b) si l'épaisseur de la feuille est inférieure à 3 mm, superposer au maximum trois éprouvettes, de manière à réaliser une épaisseur de 3 à 6 mm.

5.4 Bien que cela soit peut fréquent, les résultats obtenus peuvent dépendre des conditions de moulage utilisées pour la préparation des éprouvettes. Si une telle dépendance existe, n'employer des méthodes spéciales de recuit ou de conditionnement avant l'essai qu'avec l'approbation de tous les intéressés.

5.5 Conditionner les éprouvettes conformément au mode opératoire prescrit pour chaque produit, ou bien selon le mode opératoire approuvé par tous les intéressés.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Placer l'éprouvette horizontalement sous le pénétréur (4.2) de la tige (4.1) non chargée. La pointe du pénétréur ne doit être, en aucun point, à une distance inférieure de 3 mm du bord de l'éprouvette. La surface de l'éprouvette en contact avec la base de l'appareil doit être plane.

6.2 Immerger alors l'appareillage dans le bain (4.5) dont la température doit être maintenue constante à une valeur inférieure d'au moins 50 °C à la température de ramollissement prévue du produit examiné (voir note 4, chapitre 4). Le réservoir du thermomètre (4.6) doit être placé au même niveau que l'éprouvette et le plus près possible de celle-ci.

6.3 Après 5 min, le pénétréur étant toujours en position, relever la valeur indiquée sur le cadran du micromètre (4.3) ou remettre le micromètre à zéro, puis appliquer la masse sur le plateau porte-charge (4.4) de telle sorte que la charge totale s'exerçant sur l'éprouvette soit comprise entre 9,81 N (1 000 gf) et 10,30 N (1 050 gf) pour la méthode A, et entre 49,05 N (5 000 gf) et 49,54 N (5 050 gf) pour la méthode B.

6.4 Faire croître la température du bain de chauffage à la vitesse uniforme de 50 ± 5 °C/h ou, en variante, de 120 ± 5 °C/h. Agiter convenablement le liquide au cours de l'essai. Pour les essais d'arbitrage, la vitesse d'augmentation de température de 50 °C/h doit être utilisée.

NOTE — Pour certains produits, la température de ramollissement Vicat, obtenue avec la vitesse la plus grande (120 °C/h), peut être supérieure de plus de 4 °C.

6.5 Lorsque le micromètre indique que le pénétréur a pénétré de 1,00 mm dans l'éprouvette, par rapport à la position initiale définie en 6.3, noter la température du bain de chauffage, celle-ci correspondant à la température de ramollissement Vicat de l'éprouvette (voir note 2, chapitre 4).

6.6 Retenir, comme température de ramollissement Vicat du produit examiné, la moyenne arithmétique des températures de ramollissement Vicat des deux éprouvettes. Si la différence entre les deux valeurs obtenues est supérieure à 2 °C, ces valeurs ne peuvent être retenues et un deuxième essai doit être effectué.