
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Huiles de mise en œuvre —
Détermination de la température de
transition vitreuse par DSC**

*Rubber compounding ingredients — Process oils — Determination of
glass transition temperature by DSC*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 28343:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-
c2700ea10e26/iso-28343-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010)



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 28343:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Réactifs et matériaux	2
5 Appareillage	2
6 Conditions de stockage et de laboratoire	2
7 Étalonnage	2
8 Échantillonnage	3
9 Mode opératoire	3
10 Expression des résultats	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Détermination de la T_g à partir du point d'inflexion	5
Annexe B (informative) Données de fidélité	7
Bibliographie	8

ISO 28343:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

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 28343 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)
ISO 28343:2010
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Huiles de mise en œuvre — Détermination de la température de transition vitreuse par DSC

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter 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 de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination, par analyse calorimétrique différentielle (DSC), de la température de transition vitreuse, T_g , des huiles de mise en œuvre utilisées dans le mélange de caoutchouc.

NOTE Les mêmes huiles sont utilisées comme huiles de dilution pour les caoutchoucs synthétiques.

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 1382, *Caoutchouc — Vocabulaire*

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 11357-1:2009, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1382 et l'ISO 11357-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

T_g

température de transition vitreuse

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 étant le point d'inflexion de la courbe de DSC. Le point d'inflexion correspond au maximum calculé de la première courbe dérivée.

4 Réactifs et matériaux

4.1 Hélium sec, pureté > 99,999 % ou conformément aux instructions du fabricant de calorimètres d'analyse différentielle.

4.2 Si l'on ne dispose pas d'hélium, utiliser de l'**azote sec** (pureté > 99,999 % ou conformément aux instructions du fabricant de calorimètres d'analyse différentielle).

5 Appareillage

5.1 Calorimètre différentiel à balayage, équipé d'un système de refroidissement à l'azote liquide, de sorte qu'une température d'environ –150 °C puisse être atteinte.

Deux types d'instruments peuvent être utilisés:

- un analyseur de «flux thermique»¹⁾, dans lequel la température de l'échantillon pour essai est augmentée ou diminuée et la variation de flux thermique émis ou reçu par l'échantillon est contrôlée;
- un analyseur à «compensation de puissance»²⁾, dans lequel la température de l'échantillon pour essai est augmentée ou diminuée et l'énergie nécessaire pour conserver l'échantillon à la température programmée est contrôlée.

5.2 Récipients pour échantillon et couvercles, en aluminium, d'un volume d'environ 40 µl, adaptés à l'analyseur.

5.3 Presse appropriée, permettant de fermer hermétiquement les récipients.

5.4 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ca10e26/iso-28343-2010>

6 Conditions de stockage et de laboratoire

Stocker l'échantillon d'huile dans une armoire de laboratoire correctement ventilée.

Préparer le récipient pour échantillon sous une hotte d'extraction.

Il convient de faire fonctionner l'appareil de DSC dans un laboratoire maintenu dans des conditions normales, comme spécifié dans le manuel du fabricant de l'équipement.

7 Étalonnage

L'étalonnage de température doit être effectué dans la plage de températures souhaitée conformément aux instructions figurant dans le manuel du fabricant de l'équipement, ou conformément à l'ISO 11357-1:2009, Article 8.

La vitesse de chauffage, le type de gaz de purge et le débit de gaz de purge doivent être identiques pour l'étalonnage et pour le mesurage d'un échantillon pour essai.

1) Les appareils Mettler Toledo DSC 821 et DSC 822, TA Instrument DSC 2920 et Netzsch DSC 204 sont des exemples d'analyseurs de flux thermique appropriés. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des appareils ainsi désignés.

2) L'appareil PerkinElmer Pyris® est un exemple d'analyseur à compensation de puissance approprié. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné.

8 Échantillonnage

Réaliser l'échantillonnage conformément à l'ISO 3170.

9 Mode opératoire

9.1 Principe

La température de transition vitreuse de l'huile de mise en œuvre est mesurée par analyse calorimétrique différentielle. Au cours de la transition vitreuse, la chaleur spécifique change. Le calorimètre différentiel à balayage est capable de détecter cette variation de chaleur spécifique avec précision, permettant ainsi de déterminer la température à laquelle la variation se produit, T_g .

9.2 Conditions expérimentales

9.2.1 Préparation des récipients

La masse d'échantillon utilisé, le type de récipients et le sertissage du couvercle sont des paramètres très importants. Pour chaque appareil, les instructions du fabricant doivent être scrupuleusement respectées.

Utiliser un échantillon pour essai de masse comprise entre 5 mg et 15 mg.

9.2.2 Mesurages

Régler le débit d'hélium (ou d'azote) conformément aux recommandations du fabricant de l'appareil.

NOTE Typiquement, une valeur comprise entre 20 ml/min et 50 ml/min est utilisée, pour l'un ou l'autre gaz.

Pour comparer les résultats obtenus par différentes parties, il est recommandé que le même type de gaz de purge soit utilisé.

Placer l'échantillon pour essai dans l'appareil à température ambiante.

Porter la température à 60 °C à une vitesse de 30 °C/min afin d'éliminer l'historique thermique de l'échantillon.

Refroidir à -140 °C à une vitesse de 10 °C/min et maintenir l'échantillon à cette température pendant 5 min.

Enregistrer le thermogramme de -140 °C à 60 °C avec une vitesse de chauffage de 20 °C/min.

9.2.3 Évaluation

La courbe enregistrée est évaluée au moyen du logiciel spécifique à l'équipement, qui définit les limites appropriées correspondant à la plage de transition.

La température de transition vitreuse, T_g , est déterminée à partir du point d'inflexion de la courbe enregistrée, qui correspond au maximum de la première courbe dérivée (voir Exemple 1 en Annexe A).

Dans les cas où la transition vitreuse est suivie d'un pic de cristallisation, T_g est également déterminé à partir du point d'inflexion (voir Exemple 2 en Annexe A).

Par accord entre les parties intéressées, la méthode dite de la valeur médiane peut être utilisée pour déterminer T_g . Dans ce cas, T_g est mesurée au point d'intersection de la courbe avec la droite qui se trouve à égale distance des deux droites obtenues en extrapolant les lignes de base avant et après la transition.

10 Expression des résultats

Enregistrer la température correspondant au point d'inflexion comme température de transition vitreuse, T_g , exprimée en degrés Celsius.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

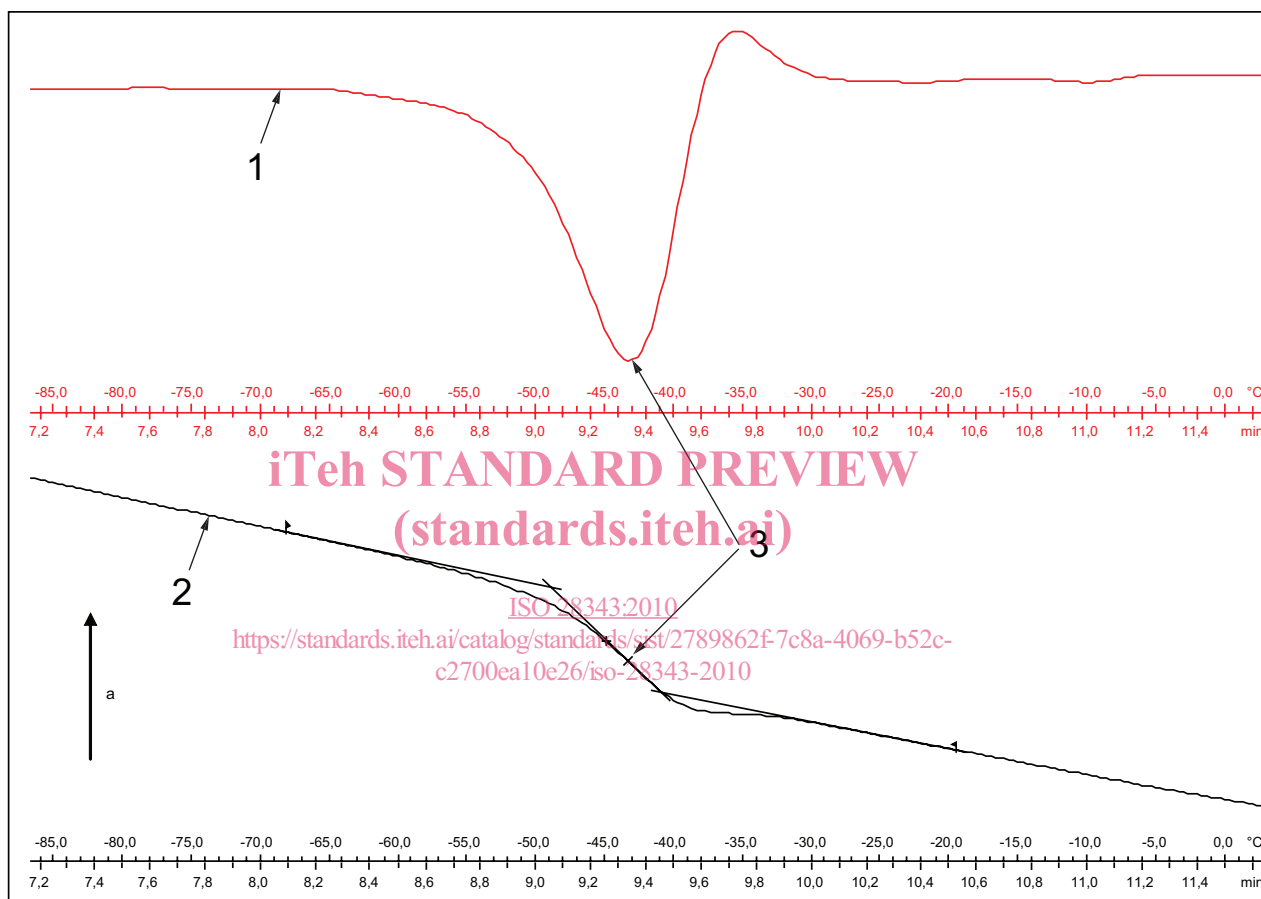
- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification du ou des échantillons d'huile soumis à essai;
- c) la masse de l'échantillon pour essai;
- d) le type d'appareil de DSC utilisé [nom de l'appareil et type d'analyseur («flux thermique» ou «compensation de puissance»)];
- e) la nature du gaz de purge utilisé (hélium ou azote) et le débit de gaz, en millilitres par minute;
- f) la valeur de T_g , en degrés Celsius, ainsi qu'une copie de la courbe de DSC enregistrée;
- g) tous les détails relatifs à toute opération non incluse dans la présente Norme internationale, ainsi que toutes les observations ayant pu avoir une incidence sur le résultat;
- h) la date de l'essai.

ISO 28343:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2789862f-7c8a-4069-b52c-c2700ea10e26/iso-28343-2010>

Annexe A (informative)

Détermination de la T_g à partir du point d'inflexion

EXEMPLE 1 — Sans cristallisation après la transition vitreuse



Légende

- 1 première courbe dérivée
- 2 courbe enregistrée
- 3 température de transition vitreuse (point d'inflexion à $-43,41\text{ °C}$)

a Exothermique.

Figure A.1 — Huile ne présentant pas de cristallisation après la transition vitreuse