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

*Plastics — Thermoplastic materials — Determination of Vicat
softening temperature (VST)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 306:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 306:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Étalonnage du cadre d'essai	5
7 Éprouvettes	6
8 Conditionnement	6
9 Mode opératoire	6
10 Fidélité	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Comparaison des résultats de VST obtenus avec un bain liquide caloporteur et une unité de chauffage par contact direct	9
Annexe B (informative) Comparaison des résultats de VST obtenus avec un bain liquide caloporteur et un lit fluidisé	11
Annexe C (informative) Répétabilité et fidélité	13
Bibliographie	16

ISO 306:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2, www.iso.org/directives.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/brevets.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 306:2004), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes:

- nouvel appareillage, à savoir dispositif de chauffage sous forme de lit fluidisé;
- données de fidélité issues d'un essai interlaboratoires réalisé en 2009;
- données de comparaison des essais obtenus avec un bain liquide caloporteur et un lit fluidisé.

Introduction

La présente révision incorpore un nouvel appareillage comme dispositif de chauffage, constitué d'un lit fluidisé, qui constitue une solution de rechange aux bains liquides caloporteurs et aux unités de chauffage par contact direct. Les lits fluidisés pouvant atteindre des températures plus élevées que les bains liquides caloporteurs traditionnels, ils représentent un moyen approprié de mesurer la température de ramollissement Vicat (VST) de matières thermoplastiques ayant des propriétés thermomécaniques améliorées.

Il a également été estimé nécessaire d'ajouter

- des données de fidélité basées sur un essai interlaboratoires réalisé en 2009, et
- des données comparatives relatives aux essais réalisés avec un bain liquide caloporteur et un lit fluidisé.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 306:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 306:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>

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

1 Domaine d'application

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

- méthode A50 utilisant une charge de 10 N et une vitesse d'échauffement de 50 K/h;
- méthode B50 utilisant une charge de 50 N et une vitesse d'échauffement de 50 K/h;
- méthode A120 utilisant une charge de 10 N et une vitesse d'échauffement de 120 K/h;
- méthode B120 utilisant une charge de 50 N et une vitesse d'échauffement de 120 K/h.

Les méthodes spécifiées sont uniquement applicables aux thermoplastiques. Elles permettent de mesurer la température à laquelle le ramollissement de ces matières devient rapide.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

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

ISO 294-1, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques — Partie 1: Principes généraux, et moulage des éprouvettes à usages multiples et des barreaux*

ISO 294-2, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques — Partie 2: Barreaux de traction de petites dimensions*

ISO 294-3, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques — Partie 3: Plaques de petites dimensions*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 2818, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage*

ISO 20753, *Plastiques — Éprouvettes*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

pénétration

distance sur laquelle la pointe du pénétrateur s'enfonce dans l'éprouvette soumise à essai

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en millimètres (mm).

3.2

charge

force exercée sur l'éprouvette par la pointe du pénétrateur

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en newtons (N).

3.3

température de ramollissement Vicat

VST

température à laquelle une pointe d'extrémité plate s'enfonce de 1 mm dans une éprouvette sous une charge spécifiée en utilisant une vitesse d'augmentation de la température uniforme et sélectionnée

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en degrés Celsius (°C).

4 Principe

La température à laquelle la pointe d'un pénétrateur normalisé avec une pointe plate s'enfonce de 1 mm dans la surface d'une éprouvette en plastique est déterminée. La pointe du pénétrateur exerce une force spécifiée perpendiculaire à l'éprouvette, tandis que celle-ci est chauffée à une vitesse spécifiée et uniforme.

La température de l'éprouvette, exprimée en degrés Celsius et mesurée le plus près possible de la surface où agit le pénétrateur quand la pénétration est de 1 mm, est appelée température de ramollissement Vicat (VST).

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Dispositif de chauffage, constitué de l'un des éléments suivants (5.1.1, 5.1.2 ou 5.1.3) pouvant loger au moins deux cadres d'essai et un dispositif de refroidissement (5.1.4).

Le dispositif de chauffage doit être équipé d'un dispositif de régulation permettant d'élever la température à une vitesse uniforme de 50 K/h \pm 5 K/h ou de 120 °K/h \pm 10 K/h.

La vitesse d'échauffement doit être vérifiée:

- soit par contrôle et enregistrement automatiques sur toute la gamme de température;
- soit par contrôle et enregistrement manuels de la variation de température à intervalles de 6 min sur la plage de températures vérifiée.

Cette exigence relative à la vitesse d'échauffement doit être jugée satisfaite si la variation de température, déterminée pour chaque intervalle de 6 min au cours de l'essai, est respectivement égale à 5 K/h \pm 0,5 K/h ou 12 K/h \pm 1 K/h. Dans le cas de bains multipostes, cette vitesse d'échauffement doit être vérifiée pour chaque poste. Il est admis de concevoir l'appareillage de façon que le chauffage soit coupé automatiquement et qu'une alarme sonore retentisse lorsque l'enfoncement spécifié a été atteint.

5.1.1 Bain liquide caloporteur, contenant un liquide dans lequel l'éprouvette peut être immergée jusqu'à une profondeur d'au moins 35 mm. L'huile de paraffine, l'huile de transformateur, le glycérol et l'huile de silicone sont des fluides caloporteurs appropriés, mais d'autres liquides peuvent être utilisés. 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 essai, par exemple par gonflement ou craquelure. Ne pas chauffer le bain liquide caloporteur au-delà du point éclair spécifié par le fabricant du fluide caloporteur.

5.1.2 Unité de chauffage par contact direct, comprenant des éléments et blocs chauffants qui élèvent, par conduction, à une vitesse contrôlée, la température de l'éprouvette jusqu'à ce que la VST soit atteinte.

5.1.3 Lit fluidisé, contenant un lit de poudre fluidisée (par exemple une poudre d'oxyde d'aluminium) dans lequel l'éprouvette peut être immergée jusqu'à une profondeur d'au moins 35 mm. Ce type d'appareillage utilise une poudre micrométrique d'oxyde d'aluminium qui, mélangée à un débit approprié d'air chauffé,

produit un milieu caloporteur apparenté à un liquide. Les températures maximales d'utilisation (et les VST mesurables) sont donc beaucoup plus élevées que celles pouvant être atteintes avec le type de liquide décrit en 5.1.1. Un mécanisme d'agitation efficace doit être prévu pour obtenir une homogénéité de la température dans la zone de l'éprouvette analogue à celle obtenue avec un bain liquide caloporteur.

5.1.4 Dispositif de refroidissement, comme moyen facultatif permettant de réduire la température du dispositif de chauffage; il peut être utilisé pour écourter le délai entre deux essais.

5.2 Cadres d'essai, (voir [Figures 1](#) et [2](#)) constitués des éléments suivants.

5.2.1 Tige et cadre, équipés d'un plateau porte-poids ou de tout autre dispositif approprié d'application de charge, montée dans un cadre rigide en métal. La tige doit pouvoir se déplacer librement, avec un frottement minimal, dans la direction verticale. La tige doit être conçue pour accepter les poids qui appliquent la charge d'essai. La base du cadre soutient l'éprouvette sous la pointe du pénétrateur située à l'extrémité de la tige (voir [Figures 1](#) et [2](#)). Il est recommandé d'utiliser une tige et un ou des cadres fabriqués dans un matériau ayant un faible coefficient de dilatation thermique.

5.2.2 Pointe du pénétrateur, en acier trempé de préférence, de 1,5 mm à 3 mm de longueur, de section circulaire, et de $1,000 \text{ mm}^2 \pm 0,015 \text{ mm}^2$ d'aire (correspondant à un diamètre de la pointe du pénétrateur de $1,128 \text{ mm} \pm 0,008 \text{ mm}$), fixée à l'extrémité inférieure de la tige ([5.2.1](#)). La surface de la pointe du pénétrateur en contact avec l'éprouvette doit être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige, et exempte de bavures.

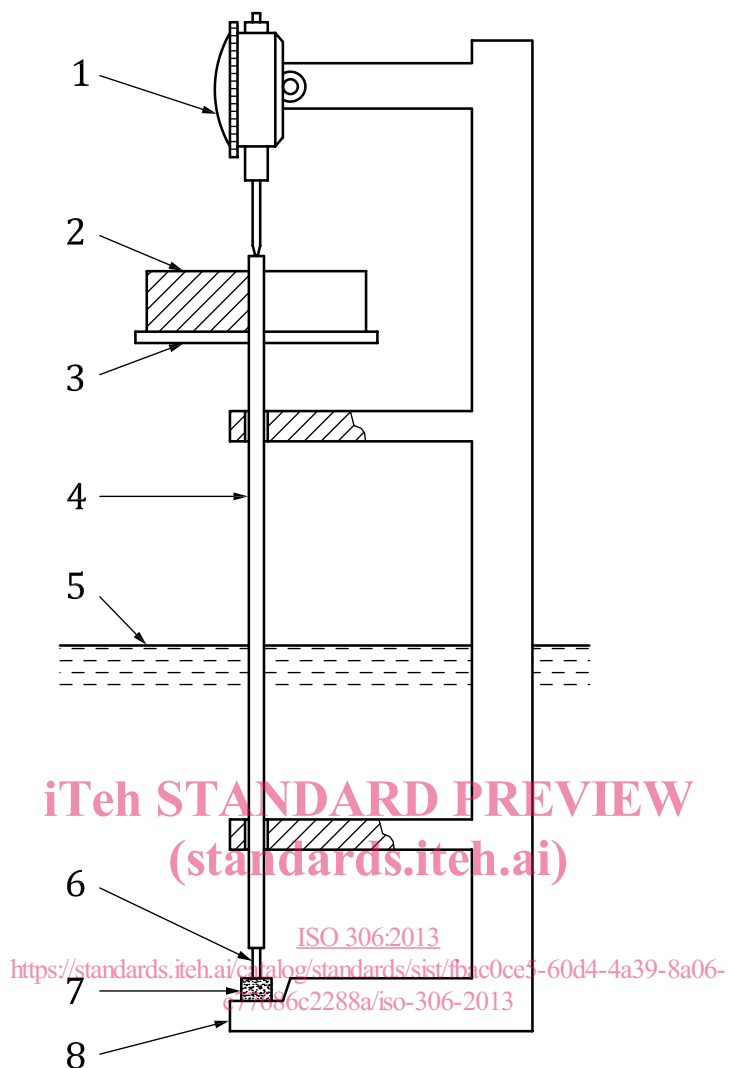
5.2.3 Poids, centrés sur la tige ([5.2.1](#)) de sorte que la charge totale appliquée à l'éprouvette soit de $10 \text{ N} \pm 0,2 \text{ N}$ pour les méthodes A50 et A120 et de $50 \text{ N} \pm 1 \text{ N}$ pour les méthodes B50 et B120.

5.2.4 Dispositif de mesure de la pénétration, micromètre à cadran étalonné, LVDT (transformateur différentiel à variable linéaire) ou tout autre instrument de mesure adapté, permettant de mesurer à $\pm 0,01 \text{ mm}$ près la pénétration de la pointe du pénétrateur dans l'éprouvette.

5.2.5 Dispositif de mesure de la température.

5.2.5.1 Avec un bain liquide caloporteur et un lit fluidisé, utiliser un instrument de mesure de la température ayant une étendue de mesure appropriée et une exactitude de $\pm 0,5 \text{ K}$. Les thermomètres doivent être étalonnés à la profondeur d'immersion spécifiée en [5.1.1](#) et [5.1.3](#). Le dispositif de mesure de la température doit être positionné aussi près que possible de la pointe du pénétrateur ainsi que de l'éprouvette, mais en évitant tout contact direct entre le capteur et l'éprouvette.

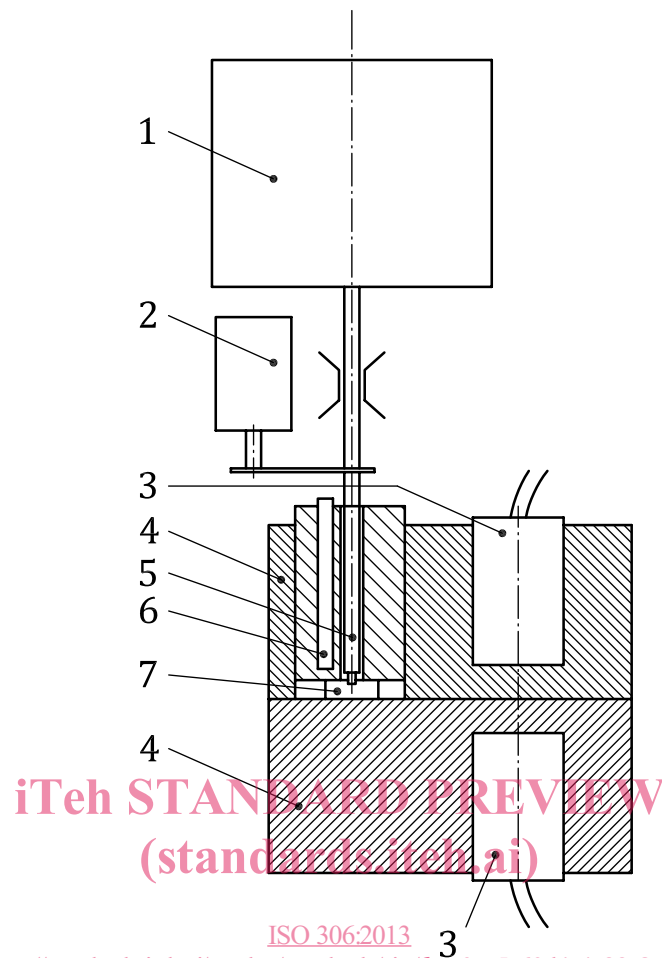
5.2.5.2 Avec une unité de chauffage par contact direct, utiliser un instrument de mesure de la température adapté ayant une étendue de mesure appropriée et une exactitude de $\pm 0,5 \text{ K}$. Le capteur doit être positionné aussi près que possible de la pointe du pénétrateur ainsi que de l'éprouvette, mais en évitant tout contact direct entre le capteur et l'éprouvette.



Légende

- 1 micromètre à cadran
- 2 poids interchangeable
- 3 plateau porte-poids
- 4 tige et pointe de pénétrateur
- 5 niveau approximatif du liquide ou du lit de poudre fluidisée
- 6 pointe du pénétrateur
- 7 éprouvette
- 8 support de l'éprouvette

Figure 1 — Représentation schématique d'un type d'appareillage d'essai avec un équipement de chauffage rempli d'un bain liquide caloporteur ou d'un lit de poudre fluidisée pour la détermination de la VST



ISO 306:2013
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/fbac0ce5-60d4-4a39-8a06-e77686c2288a/iso-306-2013>

Légende

- 1 poids
- 2 capteur de déplacement
- 3 élément chauffant
- 4 bloc chauffant
- 5 tige et pointe de pénétrateur
- 6 capteur de température
- 7 éprouvette

Figure 2 — Représentation schématique d'un appareillage d'essai avec une unité de chauffage par contact direct pour la détermination de la VST

6 Étalonnage du cadre d'essai

6.1 Lorsque des micromètres analogiques à cadran sont utilisés, la poussée du micromètre, qui contribue à la poussée appliquée sur l'éprouvette, doit être enregistrée. La force du ressort du micromètre à cadran est dirigée vers le haut et est retranchée de la charge; sur d'autres types, cette force agit vers le bas et est ajoutée à la charge. Étant donné que dans certains micromètres à cadran la force exercée par le ressort varie considérablement dans l'étendue de la course, cette force est mesurée à l'emplacement où la pointe du pénétrateur pénètre de 1 mm dans l'éprouvette. La poussée déterminée pendant l'étalonnage de l'appareil, résultante de la poussée de la tige et du pénétrateur et de la force ascendante ou descendante du ressort dans la plage de mesure utilisée pendant l'essai, ne doit pas dépasser 1 N.