
**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Détermination des
propriétés dynamiques —**

**Partie 3:
Température de transition vitreuse
(T_g)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of dynamic
properties —*

Part 3: Glass transition temperature (T_g)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4664-3:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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	1
5 Appareillage	1
5.1 Généralités.....	1
5.2 Capacité de force et mesurage.....	2
5.3 Capacité de cyclage.....	2
5.4 Dispositif de mesure de l'amortissement.....	2
5.5 Enceinte d'essai.....	2
5.6 Mâchoires.....	2
5.7 Mesurage des dimensions de l'éprouvette.....	2
6 Éprouvette	2
6.1 Préparation.....	2
6.2 Dimensions.....	2
7 Nombre d'éprouvettes	3
8 Conditionnement	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Mesurage des dimensions de l'éprouvette.....	4
9.2 Mesurage des propriétés.....	4
9.3 Conditions d'essai.....	4
9.3.1 Déformation.....	4
9.3.2 Fréquence.....	4
9.3.3 Température.....	4
9.4 Fixation et essai.....	4
10 Expression des résultats	5
10.1 Généralités.....	5
10.2 Calcul de $\tan \delta$	5
11 Détermination de la température de transition vitreuse, T_g	5
12 Fidélité	6
13 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Dépendance à la température des propriétés dynamiques du caoutchouc vulcanisé	8
Annexe B (informative) Résultats de fidélité d'un programme d'essais interlaboratoires	10
Bibliographie	12

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/fr/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères, sous-comité SC 2, Méthodes d'essai*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4664 se trouve sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les élastomères étant viscoélastiques par nature, leur réponse aux contraintes dynamiques est une combinaison de réponse élastique et de réponse visqueuse. La température de transition vitreuse, T_g , est la température à laquelle un polymère amorphe ou semi-cristallin passe d'un état visqueux caoutchoutique à un état de type vitreux fragile. Elle est toujours inférieure à la température de fusion.

Le présent document est basé sur un essai de vibrations induites par une force, qui permet de déterminer la rigidité (voir l'[Annexe A](#)), et de calculer le module et $\tan \delta$. $\tan \delta$ est le rapport du module visqueux au module élastique. $\tan \delta$ est représenté en fonction de la température sur une courbe et la température de transition vitreuse correspond au pic sur cette courbe.

La valeur mesurée de T_g dépend des conditions expérimentales et du mode de déformation. Le mesurage de T_g en mode dynamique est plus sensible aux propriétés physiques du matériau qui dépendent de la température, et ce paramètre est pertinent pour comprendre sa température de service.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4664-3:2021](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4664-3:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des propriétés dynamiques —

Partie 3: Température de transition vitreuse (T_g)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour déterminer la température de transition vitreuse, T_g , des caoutchoucs vulcanisés dans la plage de dureté de 30 DIDC à 80 DIDC. Les propriétés dynamiques sont mesurées par un balayage en température sous déformation sinusoïdale à une déformation et une fréquence définies, et T_g est déterminée à partir du pic sur la courbe de $\tan \delta$ en fonction de la température. La température de transition vitreuse, T_g , ainsi déterminée sert de ligne directrice pour la température de service du matériau.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences 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 4664-1:2011, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des propriétés dynamiques — Partie 1: Lignes directrices* standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021

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 4664-1 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Les éprouvettes sont soumises à un balayage en température dans une enceinte fermée à une déformation et une fréquence constantes, à l'aide d'un analyseur mécanique dynamique, et la température du maximum de $\tan \delta$ est prise comme étant la température de transition vitreuse.

5 Appareillage

5.1 Généralités

La machine d'essai utilisée doit être conforme aux exigences de l'ISO 4664-1. Des précautions doivent être prises pour éviter la résonance dans les conditions de fonctionnement.

5.2 Capacité de force et mesurage

Le dispositif de mesure de la force doit avoir une plage adaptée aux matériaux soumis à essai et aux éprouvettes et déformations utilisées. Il doit permettre de lire la force au pic avec une exactitude de $\pm 1,0\%$.

5.3 Capacité de cyclage

La machine d'essai doit pouvoir fonctionner à une fréquence définie et avec l'amplitude de déplacement dynamique requise. Les cycles de déformation doivent se présenter sous la forme d'un train d'ondes continu de forme sinusoïdale avec un contenu harmonique inférieur à 10 %.

NOTE Le terme «contenu harmonique» indique qu'il n'y a pas d'écart/de déformation de la courbe de sinus dus à la contribution de l'équipement, à l'effet de l'échantillon ou à tout autre facteur.

5.4 Dispositif de mesure de l'amortissement

La machine d'essai doit être munie d'un dispositif permettant de déterminer le facteur de perte du matériau soumis à essai avec une exactitude de $\pm 5\%$ ou $\pm 0,02$ sur $\tan \delta$, en prenant la plus petite des deux valeurs.

5.5 Enceinte d'essai

L'enceinte d'essai doit être fermée et sa température doit être contrôlée à $\pm 0,3\text{ °C}$ de la température d'essai programmée. Des précautions doivent être prises pour réduire la conduction thermique de l'éprouvette dans l'environnement extérieur de l'enceinte via les supports de l'éprouvette. Il convient qu'un moyen de mesure de la température réelle autour de l'échantillon soit prévu. Le contrôle précis de la température est très important en raison des propriétés dépendantes de la température du caoutchouc.

ISO 4664-3:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>

5.6 Mâchoires

Des mâchoires doivent être utilisées pour serrer les éprouvettes dans l'équipement de manière qu'elles ne glissent pas pendant l'essai.

5.7 Mesurage des dimensions de l'éprouvette

Les instruments destinés à mesurer les dimensions de l'éprouvette doivent être conformes à l'ISO 23529.

6 Éprouvette

6.1 Préparation

La méthode normalisée de préparation des éprouvettes doit être le moulage direct pour les cylindres et la découpe à partir d'une feuille moulée pour les bandes ou les éléments dédiés à la préparation des éprouvettes de cisaillement. Si cela est exigé, les éprouvettes peuvent être préparées à partir de produits finis par découpage et meulage comme décrit dans l'ISO 23529. Si l'éprouvette est préparée à partir d'un produit fini, il convient qu'elle soit exempte d'irrégularités de surface, de couches de tissu, etc.

6.2 Dimensions

L'éprouvette pour les essais de compression doit être un cylindre de 10 mm de hauteur et de 10 mm de diamètre. Des éprouvettes de hauteurs et de diamètres différents sont admissibles à condition que le facteur d'élancement de l'éprouvette soit supérieur à 1.

L'éprouvette préférentielle pour les essais en traction doit être une bande de 25 mm de longueur, de 10 mm de largeur et de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ d'épaisseur. La longueur d'essai doit être égale à

10 mm \pm 1,0 mm, le reste de la bande étant serré dans les mâchoires. Des éprouvettes ayant des longueurs, largeurs, épaisseurs et longueurs d'essai différentes sont admises si elles sont conformes à l'ISO 4664-1:2011, Tableau 2.

L'éprouvette pour les essais de cisaillement doit être une construction en sandwich contenant deux éléments parallèles en caoutchouc, l'épaisseur de l'éprouvette doit être au moins 4 fois inférieure à son diamètre. L'épaisseur recommandée pour les éléments est de 2,00 mm. En aucun cas, l'épaisseur des éléments ne doit être inférieure à 1,8 mm ou supérieure à 2,3 mm. Les éléments en caoutchouc doivent être fermement attachés à des cylindres métalliques de 10 mm de diamètre et 10 mm de hauteur, qui seront maintenus dans la mâchoire. La [Figure 1](#) illustre un exemple d'outil de préparation de l'échantillon et de mâchoire.

Le collage sur des éléments en métal est plus facile à réaliser pendant l'opération de vulcanisation, à partir du mélange non vulcanisé. Lorsque les éprouvettes sont découpées dans le produit fini, le collage avec une colle durcissable à froid (par exemple colle thermique Loctite 407TM¹⁾) peut être utilisé.

Pour l'analyse en mode cisaillement, tous les éléments des éprouvettes préparées et collées doivent être alignés au centre de l'axe des cylindres métalliques.



Figure 1 — Exemple d'outil de préparation de l'échantillon de cisaillement et mâchoire correspondante

7 Nombre d'éprouvettes

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées.

1) Loctite 407TM est un exemple de produit approprié. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO recommande le produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être démontré qu'ils donnent les mêmes résultats.

8 Conditionnement

Le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 23529. Les échantillons et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière aussi complètement que possible dans l'intervalle de temps entre la vulcanisation et l'essai.

Les éprouvettes doivent être conditionnées pendant au moins 3 h avant l'essai à l'une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 23529.

9 Mode opératoire

9.1 Mesurage des dimensions de l'éprouvette

Mesurer l'épaisseur de l'éprouvette à 0,01 mm près et toutes les dimensions de la section transversale à 0,1 mm près. Réaliser tous les mesurages à la température normale de laboratoire.

9.2 Mesurage des propriétés

Les mesurages dynamiques doivent être réalisés après avoir appliqué au moins six cycles de contrainte sur l'éprouvette.

9.3 Conditions d'essai

9.3.1 Déformation

L'amplitude de déformation doit être choisie en fonction du manuel de l'équipement avec une tolérance de $\pm 0,01$ %. Les valeurs recommandées pour les amplitudes de déformation sont indiquées dans l'ISO 4664-1 pour les modes de traction, de compression et de cisaillement.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8d1778ba-742e-4675-9ae3-ecf632f79744/iso-4664-3-2021>

9.3.2 Fréquence

L'essai doit être réalisé à une fréquence quelconque comprise entre 1 Hz et 15 Hz. D'autres fréquences peuvent être utilisées à des fins particulières. Les fréquences recommandées sont données dans l'ISO 4664-1.

9.3.3 Température

Si la nature du mélange soumis à essai est inconnue, l'éprouvette doit être soumise à une rampe de température allant de -150 °C jusqu'à $+70$ °C, à une vitesse de 1 °C/min ou 2 °C/min. Si la nature du mélange soumis à essai est connue, démarrer la rampe de température au moins 30 °C en dessous de la valeur de T_g connue ou supposée de ce mélange. La température de l'enceinte d'essai doit être amenée à -150 °C ou à la température d'essai initiale à l'aide d'azote liquide ou de tout autre moyen de refroidissement permettant de maintenir l'augmentation de température à une vitesse contrôlée de 1 °C/min ou 2 °C/min.

9.4 Fixation et essai

Monter ou attacher fermement l'éprouvette de manière à éviter tout glissement pendant l'essai. Placer l'éprouvette dans l'enceinte thermique et abaisser la température à -150 °C (ou à toute autre température initiale définie) à une vitesse de 8 °C/min. Démarrer l'action dynamique.

Commencer à appliquer le chargement dynamique avant le refroidissement aide à détecter la rupture, le glissement ou le décollement de l'éprouvette.

Conditionner l'éprouvette à -150 °C (ou à toute autre température initiale définie) en respectant la durée spécifiée dans l'ISO 23529. Pendant la période de conditionnement, il convient d'enregistrer au moins cinq points de données (par exemple, pour une période de conditionnement de 10 min, enregistrer cinq

points de données). Après la période de conditionnement, commencer à augmenter la température de 1 °C/min ou 2 °C/min et enregistrer en continu les points de données à des intervalles de 10 s à 30 s.

10 Expression des résultats

10.1 Généralités

Toutes les valeurs relatives aux surfaces des éprouvettes et à la déformation doivent être calculées à partir des valeurs mesurées sur les éprouvettes non déformées.

10.2 Calcul de $\tan \delta$

Déterminer le facteur de perte, $\tan \delta$, à tous les points de données enregistrés conformément à l'ISO 4664-1 et suivant les instructions du fabricant de l'équipement.

Calculer la $\tan \delta$ moyenne des trois éprouvettes à chaque point de données. Si une valeur individuelle s'écarte de plus de 10 % de la moyenne, l'essai doit être répété en utilisant deux éprouvettes supplémentaires. Enregistrer la moyenne des cinq éprouvettes (courbe moyenne).

11 Détermination de la température de transition vitreuse, T_g

Tracer une courbe des trois valeurs de $\tan \delta$ en fonction de la température. La forme du graphique est telle qu'illustrée à la [Figure 2](#).

Option 1: Déterminer la valeur de $\tan \delta$ à partir de la température de pic de la courbe $\tan \delta$ correspondante; au moins trois valeurs doivent être déterminées. Enregistrer la moyenne des trois températures comme étant la température de transition vitreuse, T_g .

Option 2: Le calcul de T_g à partir de la courbe du module dynamique risque de ne pas conduire à des résultats corrects, mais si le logiciel de l'instrument possède une option permettant de tracer la dérivée de 1^{er} ordre de la courbe du module dynamique, alors la valeur de pic de la dérivée peut être utilisée en tant que T_g .

NOTE 1 Dans l'industrie, il est très courant de calculer T_g à partir de la courbe de $\tan \delta$.

NOTE 2 Un vulcanisat de caoutchouc ayant une dureté supérieure à 80 DIDC présentera un comportement de glissement lors d'une analyse à très basse température.