
**Plastiques — Analyse calorimétrique
différentielle (DSC) —**

Partie 2:

**Détermination de la température de transition
vitreuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

Part 2: Determination of glass transition temperature

ISO 11357-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-bf46-dc43ffc4dbf/iso-11357-2-1999>



Sommaire

1	Domaine d'application.....	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions.....	1
4	Principes.....	2
5	Appareillage et matériaux.....	2
6	Éprouvettes	2
7	Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes.....	2
8	Étalonnage.....	3
9	Mode opératoire.....	3
10	Expression des résultats	4
11	Fidélité et biais.....	4
12	Rapport d'essai	4
Bibliographie.....	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-b140-dc43fc4dbf/iso-11357-2-1999	5

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-b140-dc43fc4dbf/iso-11357-2-1999>

© ISO 1999

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé 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

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.

La Norme internationale ISO 11357-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

L'ISO 11357 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC)*:

- *Partie 1: Principes généraux*
- *Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse*
- *Partie 3: Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation*
- *Partie 4: Détermination de la capacité thermique massique*
- *Partie 5: Détermination des températures de réaction, temps de réaction, chaleurs de réaction et degrés de transformation*
- *Partie 6: Détermination du temps d'induction à l'oxydation*
- *Partie 7: Détermination de la cinétique de cristallisation*
- *Partie 8: Détermination de la quantité d'eau absorbée par les polymères*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-bf46-dc43ffc4dbf/iso-11357-2-1999>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 2:

Détermination de la température de transition vitreuse

AVERTISSEMENT — La mise en œuvre de la présente partie de l'ISO 11357 peut impliquer l'utilisation de matières, la réalisation d'opérations ou l'emploi de matériels qui présentent des risques. La présente partie de l'ISO 11357 n'a pas pour objet de résoudre tous les problèmes de sécurité associés à cette mise en œuvre. Il incombe à l'utilisateur de mettre en place les mesures d'hygiène et de sécurité qui s'imposent et de définir, avant l'utilisation, les exigences réglementaires qui s'appliquent.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 prescrit une méthode d'essai permettant de déterminer la température conventionnelle de transition vitreuse des plastiques amorphes et semi-cristallins.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 11357. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 11357 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 291:1997, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*.

ISO 472:—¹⁾, *Plastiques — Vocabulaire*.

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

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11357, les définitions données dans l'ISO 11357-1 et les suivantes s'appliquent.

3.1 transition vitreuse

changement réversible dans un polymère amorphe ou dans les parties amorphes d'un polymère partiellement cristallin, d'un état visqueux ou gommeux vers un état dur et relativement fragile, ou vice versa

3.2 température de transition vitreuse

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

¹⁾ À publier. (Révision de l'ISO 472:1988)

NOTE La température de transition vitreuse désignée (T_g) peut varier en fonction de la propriété spécifique, de la méthode et des conditions d'essai choisies pour effectuer la mesure.

3.3 Températures conventionnelles de transition vitreuse (voir Figure 1)

3.3.1 température initiale extrapolée

T_{eig}
correspond au point d'intersection entre la ligne de base extrapolée initiale, avant la transition, et la tangente au point d'inflexion

3.3.2 température extrapolée finale

T_{efg}
correspond au point d'intersection entre la ligne de base initiale extrapolée, après la transition, et la tangente au point d'inflexion

3.3.3 température médiane

T_{mg}
correspond au point d'intersection de la courbe avec une droite située à égale distance des deux lignes de base extrapolées



Figure 1 — Exemples de détermination des températures conventionnelles de transition vitreuse

4 Principe

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 4.

La variation de la chaleur spécifique en fonction de la température est mesurée et les températures conventionnelles de transition vitreuse sont déterminées sur la courbe ainsi obtenue.

5 Appareillage et matériaux

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 5.

6 Éprouvettes

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 6.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 7.

8 Étalonnage

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 8.

9 Mode opératoire

9.1 Mise en service de l'appareillage

Voir l'ISO 11357-1:1997, paragraphe 9.1.

Utiliser le même débit de gaz de purge que pour l'étalonnage de l'instrument. Toute modification du débit ou du gaz entraîne un ré-étalonnage. En général, on utilise de l'azote sous forme gazeuse (de qualité analytique) à un débit de 50 ml/min \pm 10 %. Tout autre gaz ou débit peut être utilisé conformément à l'accord conclu entre les parties intéressées.

Régler la sensibilité de sorte que la différence de hauteur à la verticale entre deux paliers de variation de la courbe corresponde à 10 % au moins de la pleine échelle de l'enregistreur. Les instruments modernes n'ont pas besoin de ce réglage.

9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset

Voir l'ISO 11357-1:1997, paragraphe 9.2.

Peser l'éprouvette à 0,1 mg près. Sauf spécification contraire dans la norme de matériau, utiliser une masse de 5 mg à 20 mg. Pour les matériaux semi-cristallins, utiliser une masse proche de la limite supérieure.

Vérifier que la méthode de sertissage n'a pas affecté la planéité du fond du creuset. Il est crucial pour l'exactitude des données que le creuset et le porte-creuset du DSC soient en contact étroit.

Ne pas manipuler les éprouvettes ou le creuset à mains nues; utiliser des pinces ou porter des gants.

9.3 Mise en place des creusets dans l'appareillage

Voir l'ISO 11357-1:1997, paragraphe 9.3.

9.4 Mesurage par balayage des températures

9.4.1 Laisser s'écouler 5 min pour une purge préalable à l'azote avant de démarrer le cycle de chauffage.

9.4.2 Procéder à un premier cycle thermique en portant le creuset, à une vitesse de 20 °C/min, à une température suffisamment élevée pour effacer tout antécédent thermique des matériaux soumis à l'essai, et enregistrer les résultats correspondants.

Les mesures par analyse calorimétrique différentielle sont largement fonction des antécédents thermiques et de la morphologie de l'échantillon et des éprouvettes. Il est important de réaliser un cycle thermique préliminaire et de ne faire les mesurages qu'au deuxième cycle (voir l'ISO 11357-1:1997, annexe B). Dans le cas où le matériau est réactif ou si l'on désire évaluer les propriétés d'un échantillon ayant subi un conditionnement préalable spécial, les données peuvent être relevées pendant le premier cycle thermique. Les écarts par rapport au mode opératoire normal doivent être consignés dans le rapport d'essai.

9.4.3 Maintenir à cette température pendant 5 min.

9.4.4 Refroidir à 50 °C environ en dessous de la température prévue de transition vitreuse.

9.4.5 Maintenir à cette température pendant 5 min.

9.4.6 Procéder à un deuxième cycle thermique en portant le creuset, à une vitesse de 20 °C/min, à une température supérieure d'environ 30 °C à la température finale extrapolée de transition vitreuse (T_{efg}) et enregistrer les résultats.

NOTE Il est possible d'utiliser d'autres vitesses de chauffage ou de refroidissement selon l'accord conclu entre les parties intéressées. En particulier, les vitesses de balayage élevées fournissent une meilleure sensibilité de la transition enregistrée, mais d'un autre côté, de faibles vitesses de balayage donnent une meilleure résolution. Il est important de choisir la vitesse de manière appropriée lorsque l'on observe des transitions difficiles à détecter.

9.4.7 Refroidir l'appareillage à température ambiante et enlever le creuset pour vérifier s'il a subi une déformation ou si l'éprouvette a débordé.

9.4.8 Peser de nouveau le creuset et l'éprouvette à 0,1 mg près.

9.4.9 S'il y a eu perte de masse, on suspecte une modification chimique. Ouvrir le creuset et examiner l'éprouvette. Si cette dernière s'est détériorée, rejeter les résultats d'essai et réeffectuer l'essai en choisissant une température maximale inférieure.

Ne pas réutiliser les creusets présentant des signes de détérioration pour un autre mesurage.

Si l'éprouvette déborde du creuset pendant le mesurage, nettoyer le porte-éprouvettes en suivant les instructions du fabricant et vérifier que l'étalonnage est toujours valable sur au moins un étalon de référence de température et d'enthalpie.

9.4.10 Traiter les données conformément aux instructions du fabricant d'instruments.

9.4.11 Le nombre de fois où l'essai doit être répété est à fixer par l'utilisateur.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Expression des résultats

Choisir les températures de transition telles que représentées à la Figure 1. Il est fréquent que les deux lignes de base ne soient pas parallèles. Dans un tel cas, la T_{mg} est l'intersection de la ligne médiane située entre les deux lignes de base extrapolées avec la courbe.

Le point d'inflexion peut lui-même être déterminé comme température conventionnelle de transition vitreuse (T_g). Il correspond au maximum du signal dérivé de DSC ou à la pente la plus importante dans le domaine de transition vitreuse.

La détermination de la température se déroule de la même manière lorsque les courbes présentent un effet en fin de transition (voir Figure 1, courbe de droite).

11 Fidélité

La fidélité de la présente méthode d'essai n'est pas connue faute de données interlaboratoires. Dès que les essais correspondants auront été réalisés, leurs résultats seront intégrés dans une prochaine révision de la présente partie de l'ISO 11357.

12 Rapport d'essai

Voir l'ISO 11357-1:1997, article 10.

Consigner comme résultats d'essais [point l)] les températures conventionnelles de transition vitreuse T_{eig} , T_{efg} et T_{mg} , exprimées en degrés Celsius et arrondies au nombre entier le plus proche.

La température de transition vitreuse T_g correspond à T_{mg} mais, dans la plupart des applications, T_{eig} est plus significatif et est utilisé plus communément pour T_g . Il est important, dans les publications des valeurs de transition vitreuse, de rapporter toutes les valeurs T_{eig} , T_{efg} et T_{mg} .

Bibliographie

- [1] TURI, E. A., *Thermal characterization of polymeric materials*, 2nd Ed., Academic Press, 1996.
- [2] WUNDERLICH, B., *Thermal analysis*, Academic Press, 1990.
- [3] PEREZ, J., *Physique et mécanique des polymères amorphes*, Technique et Documentation, Edition Lavoisier (Paris), 1992.
- [4] NAKAMURA, S., et al., *Thermal analysis of polymer samples by a round robin method — I: Reproducibility of melting, crystallization and glass transition temperatures*, *Thermochimica Acta*, **136** (1988), pp. 163-178.
- [5] HATAKEYAMA, T., and QUINN, F. X., *Thermal analysis: Fundamentals and applications to polymer science*, John Wiley & Sons, 1994.
- [6] *Assignment of the glass transition*, ASTM research report, 1994.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-bf46-dc43ffc4dbf/iso-11357-2-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7eb791a4-b0db-4607-bf46-dc43ffc4dbf/iso-11357-2-1999>