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

Partie 5:

**Détermination des températures et temps
caractéristiques de la courbe de réaction,
de l'enthalpie de réaction et du degré de
transformation**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

Part 5: Determination of characteristic reaction-curve temperatures and times, enthalpy of reaction and degree of conversion



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 11357-5:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e67843c-838c-45e0-b080-58293980f7b/iso-11357-5-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e67843c-838c-45e0-b080-58293980f7b/iso-11357-5-1999>

© 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'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 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage et matériaux	2
6 Éprouvettes	2
7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes	2
8 Étalonnage	2
9 Mode opératoire	2
9.1 Généralités	2
9.2 Méthode par balayage des températures	2
9.3 Méthode isotherme	3
10 Expression des résultats	4
10.1 Détermination des températures caractéristiques et de l'enthalpie de réaction (méthode de balayage des températures)	4
10.2 Détermination des temps caractéristiques et de l'enthalpie de réaction (méthode isotherme)	5
10.3 Détermination du degré de transformation	6
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	9
Bibliographie.....	10

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 3.

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 de la présente partie de l'ISO 11357 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.

La Norme internationale ISO 11357-5 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 et temps caractéristiques de la courbe de réaction, de l'enthalpie de réaction et du degré 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*

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 5:

Détermination des températures et temps caractéristiques de la courbe de réaction, de l'enthalpie de réaction et du degré de transformation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer les températures et temps de réaction, des enthalpies de réaction et des degrés de transformation, en utilisant un «calorimètre différentiel programmé» (DSC).

La méthode est applicable aux monomères, prépolymères et polymères à l'état solide ou liquide. Le matériau peut contenir des charges et/ou initiateurs à l'état solide ou liquide.

AVERTISSEMENT — Il convient de faire preuve de prudence lorsqu'on travaille en utilisant des matériaux pouvant présenter une réaction d'emballement ou présenter un caractère dangereux.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 11357-5:1999

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 11357. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 11357 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 11357-3:1999, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 3: Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation.*

3 Définitions

3.1

polymérisation

procédé de transformation d'un monomère ou d'un mélange de monomères en un polymère

3.2

réticulation

procédé de liaison multiple intermoléculaire covalente ou ionique entre des chaînes de polymères

3.3

degré de transformation

quantité de produit n'ayant pas réagi restant après une réaction en comparaison avec la quantité initiale de ce produit

NOTE Le degré de transformation dépendra du temps et de la température.

4 Principe

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

La méthode d'essai décrite suit les étapes qui constituent la réaction avec des diagrammes DSC.

5 Appareillage et matériaux

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

6 Éprouvettes

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

Si l'éprouvette est un mélange ou une résine liquide, utiliser une masse de 5 mg à 20 mg. Dans le cas des thermodurcis, augmenter la masse de l'éprouvette de façon à avoir 5 mg à 20 mg de résine dans l'éprouvette.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Pour les polymères, voir l'ISO 11357-1:1997, article 7.

Pour les monomères et prépolymères en phase liquide, en particulier ceux qui contiennent des constituants volatils, il peut être nécessaire d'effectuer le conditionnement et l'essai avec l'éprouvette enfermée dans un creuset étanche au gaz, résistant aux températures et pressions élevées.

8 Étalonnage

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

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

L'essai peut nécessiter l'une des deux méthodes suivantes, selon l'information requise:

- méthode par balayage des températures;
- méthode isotherme.

9.2 Méthode par balayage des températures

Voir l'ISO 11357-1:1997, paragraphe 9.4.

Effectuer un balayage en température, de la température ambiante à une température suffisamment élevée pour obtenir l'enregistrement total du pic de la réaction, à une vitesse de balayage de 5 °C/min à 20 °C/min. Afin de pouvoir comparer les essais, utiliser la même vitesse de balayage.

La température finale doit être inférieure à la température qui correspond au début de la décomposition du polymère.

Il est utile de procéder à un essai préliminaire pour définir la température de décomposition.

9.3 Méthode isotherme

9.3.1 Généralités

La méthode isotherme peut être mise en œuvre de deux manières différentes une fois l'éprouvette à l'intérieur de la cellule du calorimètre:

- soit à une température constante;
- soit en démarrant à la température ambiante et en chauffant aussi rapidement que possible jusqu'à atteindre la température de mesurage constante.

NOTE Le choix du mode opératoire dépendra du modèle du calorimètre utilisé pour l'essai. Le choix de la température isotherme de la réaction est effectué à partir de l'étude d'un cycle d'essai en mode balayage en température. Il est de règle que la température soit au voisinage de la température à laquelle le pic obtenu en mode balayage débute.

9.3.2 Mode opératoire à température constante

- a) placer le creuset de référence dans le calorimètre;
- b) régler l'instrument à la température d'essai voulue;
- c) laisser le calorimètre se stabiliser à la température choisie pendant 5 min;
- d) placer le creuset contenant l'éprouvette dans le calorimètre;
- e) enregistrer le diagramme DSC;
- f) retirer le creuset contenant l'éprouvette et le laisser refroidir jusqu'à la température ambiante;
- g) remettre le creuset contenant l'éprouvette dans le calorimètre;
- h) enregistrer à nouveau le diagramme DSC (le second diagramme sera soustrait du premier pour tenir compte de la perturbation du calorimètre due à l'introduction du creuset).

NOTE Pour ce type d'essai, il est difficile de garantir la répétabilité de l'opération manuelle d'introduction du creuset dans le calorimètre pour la détermination proprement dite et pour l'essai à blanc. La soustraction des deux diagrammes peut par conséquent introduire une petite erreur.

9.3.3 Mode opératoire démarrant à la température ambiante

- a) placer les creusets (de référence et contenant l'éprouvette) dans le calorimètre, à la température ambiante;
- b) augmenter la température du calorimètre, à la plus grande vitesse possible, jusqu'à la température de mesurage choisie;
- c) enregistrer le diagramme DSC;
- d) laisser le calorimètre refroidir jusqu'à la température ambiante;
- e) répéter le processus sans retirer les creusets et enregistrer à nouveau le diagramme DSC (le second diagramme sera soustrait du premier pour tenir compte de la perturbation du calorimètre due au processus de chauffage rapide).

9.3.4 Enthalpie résiduelle

À l'issue d'un essai isotherme (par exemple une réaction de polymérisation), laisser l'instrument refroidir jusqu'à la température ambiante, l'éprouvette étant toujours à l'intérieur. Ensuite, chauffer l'éprouvette à la même vitesse que lors du balayage en température afin de déterminer s'il y a une enthalpie résiduelle (c'est-à-dire si une polymérisation additionnelle a lieu). Ajouter cette enthalpie à la valeur isotherme pour obtenir l'enthalpie de réaction totale.

10 Expression des résultats

10.1 Détermination des températures caractéristiques et de l'enthalpie de réaction (méthode de balayage des températures)

Voir également l'ISO 11357-3.

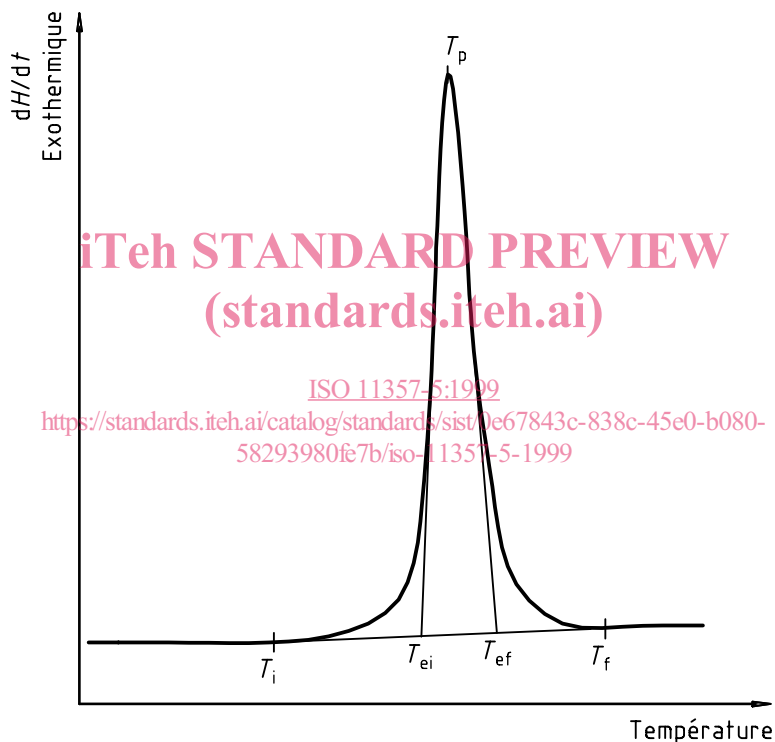


Figure 1 — Diagramme DSC avec pic exothermique (méthode par balayage des températures)

Les températures indiquées sur la Figure 1 sont les suivantes:

- T_i début de la réaction, correspondant au point auquel le diagramme DSC s'écarte de la ligne de base initiale;
- T_{ei} température initiale extrapolée de la réaction, correspondant au point d'intersection de la ligne de base extrapolée du côté basse température du diagramme avec la tangente au point d'inflexion;
- T_p vitesse maximale de la réaction, correspondant au sommet du pic;
- T_{ef} température finale extrapolée de la réaction, correspondant au point d'intersection de la ligne de base extrapolée du côté haute température avec la tangente au point d'inflexion;
- T_f fin de la réaction, correspondant au retour du diagramme DSC au niveau de la ligne de base finale.

L'enthalpie de la réaction ΔH_R , en joules par gramme, est obtenue par l'intégration de la surface entre le pic de la réaction et la ligne de base de T_i à T_f .

10.2 Détermination des temps caractéristiques et de l'enthalpie de réaction (méthode isotherme)

Chaque mode opératoire (9.3.2 et 9.3.3) nécessitera un temps spécifique pour amorcer la réaction.

Noter le temps t_0 au bout duquel l'éprouvette atteint la température d'équilibre. Mesurer les temps suivants à partir de ce point (voir Figure 2):

- t_i début de la réaction, correspondant au point auquel le diagramme DSC s'écarte de la ligne de base initiale;
- t_{ei} temps initial extrapolé de la réaction, correspondant au point d'intersection de la ligne de base extrapolée du côté basse température du diagramme avec la tangente au point d'inflexion;
- t_p vitesse maximale de la réaction, correspondant au sommet du pic;
- t_f fin de la réaction, correspondant au retour du signal DSC au niveau de la ligne de base finale.

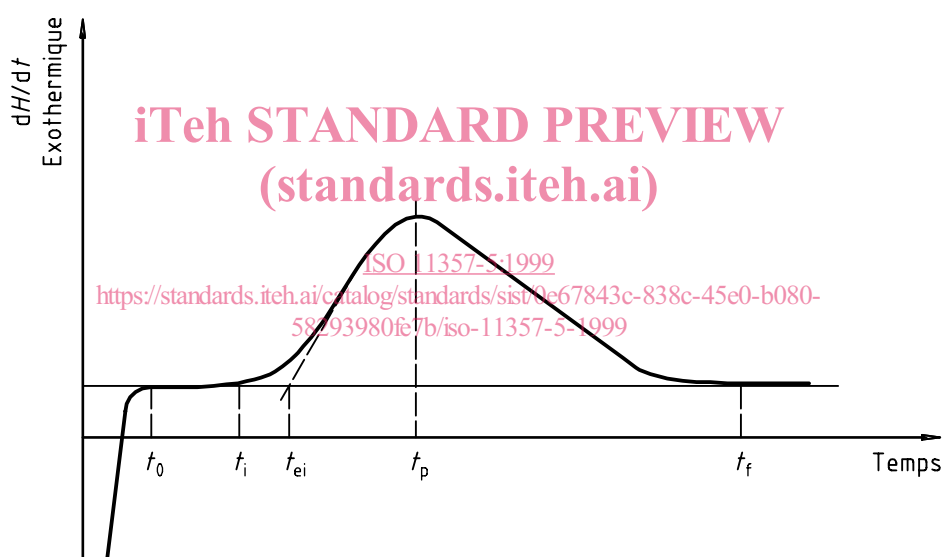


Figure 2 — Diagramme DSC avec pic exothermique (méthode isotherme)

L'enthalpie de réaction pendant la phase isotherme est obtenue par l'intégration de la surface entre le pic de la réaction et la ligne de base de T_i à T_f .

NOTE Il est nécessaire de choisir la température d'essai afin d'obtenir l'enregistrement du pic tel que décrit sur la Figure 2. Si nécessaire, la température d'essai peut être abaissée. Si la réaction démarre instantanément, utiliser la Figure 3.

Lorsque la réaction démarre instantanément, le diagramme ressemblera à la Figure 3. Dans de tels cas, t_i et t_{ei} ne peuvent pas être mesurés. Le temps t_i est pris égal à t_0 .