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

**Partie 1:
Principes généraux**

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

Part 1: General principles

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009>



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 11357-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	2
4 Principe.....	8
4.1 Généralités	8
4.2 DSC à flux thermique	8
4.3 DSC à compensation de puissance.....	8
5 Appareillage et matériaux.....	9
6 Éprouvettes	10
7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes.....	11
7.1 Conditions d'essai.....	11
7.2 Conditionnement des éprouvettes	11
8 Étalonnage	11
8.1 Généralités	11
8.2 Matériaux d'étalonnage.....	12
8.3 Étalonnage en température	12
8.4 Étalonnage en chaleur	14
8.5 Étalonnage en flux thermique	15
9 Mode opératoire.....	17
9.1 Mise en service de l'appareillage.....	17
9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset.....	18
9.3 Mise en place des creusets dans l'appareil.....	19
9.4 Réalisation des mesurages	19
9.5 Vérification après mesurages	21
10 Rapport d'essai.....	21
Annexe A (normative) Étalonnage en température de haute précision, étendu^[11]	23
Annexe B (normative) Étalonnage en chaleur de haute précision, étendu	25
Annexe C (informative) Matériaux étalons recommandés.....	27
Annexe D (informative) Interaction entre les matériaux d'étalons et les différents matériaux des creusets	30
Annexe E (informative) Recommandations générales.....	32
Bibliographie.....	34

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 11357-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11357-1:1997), dont elle constitue une révision technique. Les principaux changements sont les suivants:

- ajout d'une indication de la représentation graphique préférée des diagrammes DSC conformément aux exigences thermodynamiques;
- inclusion d'un mode opératoire supplémentaire plus précis pour l'étalonnage en température fournissant une exactitude de $\pm 0,3$ K pour une plage de température étendue;
- inclusion d'un mode opératoire supplémentaire plus précis pour l'étalonnage en enthalpie fournissant une exactitude de $\pm 0,5$ %;
- ajout d'un mode opératoire pour l'étalonnage en flux thermique;
- des informations sont fournies sur les interactions entre les substances d'étalonnage et les matériaux des creusets.

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 (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)*
- *Partie 7: Détermination de la cinétique de cristallisation*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009>

Introduction

L'ISO 11357 décrit des méthodes d'essai thermoanalytiques DSC pouvant être utilisées à des fins d'assurance qualité, pour des contrôles de routine de matières premières et de produits finis ou pour la détermination de données comparables nécessaires pour des fiches techniques ou des bases de données. Les modes opératoires mentionnés dans l'ISO 11357 s'appliquent dans la mesure où des normes relatives à des produits ou des normes décrivant des atmosphères spéciales pour le conditionnement d'éprouvettes n'exigent pas d'autres stipulations.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11357-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a191b71b-90cb-4658-990a-1b9997ee81e1/iso-11357-1-2009>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 1: Principes généraux

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 11357 peut impliquer l'utilisation de matériaux et d'appareils dangereux et l'exécution d'opérations dangereuses. La présente partie de l'ISO 11357 n'a pas pour but d'aborder la totalité des problèmes de sécurité liés à son application. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant son utilisation.

1 Domaine d'application

L'ISO 11357 spécifie plusieurs méthodes d'analyse calorimétrique différentielle (DSC) pour l'analyse thermique des polymères et des mélanges de polymères tels que

- thermoplastiques (polymères, composants pour moulage et produits pour moulage avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement),
- thermodurcissables (matériaux non durcis ou durcis avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement),
- élastomères (avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement).

L'ISO 11357 s'applique pour l'observation et la quantification de différents phénomènes ou propriétés des matériaux susmentionnés tels que

- les transitions physiques (transition vitreuse, transitions de phases telles que la fusion et la cristallisation, les transitions polymorphes, etc.),
- les réactions chimiques (polymérisation, réticulation et durcissement des élastomères et des thermodurcissables, etc.),
- la stabilité à l'oxydation,
- la capacité thermique.

La présente partie de l'ISO 11357 établit les aspects généraux de l'analyse calorimétrique différentielle tels que le principe et l'appareillage, l'échantillonnage, l'étalonnage et les aspects généraux du mode opératoire et du rapport d'essai communs à toutes les parties suivantes.

Les détails relatifs à la réalisation des méthodes spécifiques sont donnés dans les autres parties de l'ISO 11357 (voir l'Avant-propos).

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 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 80000-5, *Grandeurs et unités — Partie 5: Thermodynamique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 et l'ISO 80000-5 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 analyse calorimétrique différentielle DSC

technique selon laquelle la différence entre les flux thermiques qui pénètrent dans le creuset de l'échantillon contenant l'éprouvette et dans le creuset de référence est déduite en fonction de la température et/ou du temps, l'éprouvette et la référence étant soumises au même programme contrôlé de températures dans une atmosphère spécifiée en utilisant un système de mesurage symétrique

NOTE 1 Il est d'usage d'enregistrer, pour chaque mesurage, une courbe de la température ou du temps (sur l'axe des abscisses) en fonction de la différence des flux thermiques (sur l'axe des ordonnées). La direction correspondant aux pics exothermiques et/ou endothermiques est indiquée sur la courbe DSC.

NOTE 2 Conformément aux principes de la thermodynamique, l'énergie absorbée par un système est considérée comme étant positive tandis que l'énergie dégagée est négative. Cette approche implique que la direction endothermique est dirigée vers le haut sur l'axe des ordonnées et que la direction exothermique est dirigée vers le bas (voir les Figures 1 et 2). Cela présente également l'avantage que la direction des effets thermiques et les valeurs de flux thermique et de capacité thermique massique sont cohérentes.

3.2 matériau d'étalonnage

matériau dont une ou plusieurs propriétés thermiques ont des valeurs suffisamment homogènes et bien connues pour pouvoir être utilisé pour l'étalonnage de l'appareil de DSC ou pour l'évaluation d'une méthode de mesurage

3.3 référence

creuset utilisé sur le côté de référence du porte-éprouvette symétrique

NOTE 1 Normalement le creuset de référence est vide.

NOTE 2 Dans des cas spéciaux tels que le mesurage de polymères fortement chargés ou renforcés ou d'éprouvettes ayant une capacité thermique comparable à celle des creusets, un matériau approprié peut être utilisé à l'intérieur du creuset de référence. Il convient que ce matériau de référence soit inerte sur les plages de température et de temps considérées. Il convient également que sa capacité thermique soit similaire à celle de l'éprouvette. Dans le cas de produits chargés ou renforcés, la charge ou le renforcement seul(e) peut par exemple être utilisé(e).

3.4**flux thermique**

quantité de chaleur transmise par unité de temps (dQ/dt) exprimée en watts (W) ou en milliwatts (mW)

NOTE La quantité totale de chaleur transmise, Q , correspond à l'intégrale du flux thermique dans le temps:

$$Q = \int \frac{dQ}{dt} dt \quad (1)$$

3.5**variation de chaleur**

ΔQ

quantité de chaleur absorbée (endothermique: ΔQ positif) ou dégagée (exothermique: ΔQ négatif) dans une plage de temps, t , ou de température, T , spécifiée par une éprouvette soumise à une variation chimique ou physique et/ou à une variation de température

$$\Delta Q = \int_{t_1}^{t_2} \frac{dQ}{dt} dt \quad (2)$$

ou

$$\Delta Q = \frac{60}{\beta} \int_{T_1}^{T_2} \frac{dQ}{dt} dT \quad (3)$$

où

ΔQ est exprimée en joules (J) ou comme une quantité massique Δq , exprimée en joules par unité de matière en grammes ($J \cdot g^{-1}$) ou joules par quantité de matière en moles ($J \cdot mol^{-1}$);

β est la vitesse de refroidissement ou de montée en température constante $\frac{dT}{dt}$ exprimée en kelvins par minute ($K \cdot min^{-1}$)

NOTE Si les mesurages sont réalisés à pression constante, ΔQ correspond à la variation d'enthalpie ΔH .

3.6**capacité thermique massique à pression constante**

c_p

quantité de chaleur nécessaire pour augmenter de 1 K la température d'une unité de masse de matériau à une pression constante:

$$c_p = \frac{1}{m} \cdot \left(\frac{dQ}{dT} \right)_p \quad (4)$$

ou

$$c_p = \frac{1}{m} \cdot \frac{60}{\beta} \cdot \left(\frac{dQ}{dt} \right)_p \quad (5)$$

où

dQ est la quantité de chaleur, exprimée en joules (J), nécessaire pour augmenter la température d'une quantité de matière de masse m , exprimée en grammes (g), par dT kelvins à pression constante;

β est la vitesse thermique constante, exprimée en kelvins par minute ($K \cdot \text{min}^{-1}$);

c_p est exprimée en joules par gramme par kelvin ($J \cdot g^{-1} \cdot K^{-1}$)

NOTE 1 c_p peut également être exprimée en joules par mole par kelvin [$J \cdot \text{mol}^{-1} \cdot K^{-1}$] lorsque la quantité de matériau m est exprimée en moles.

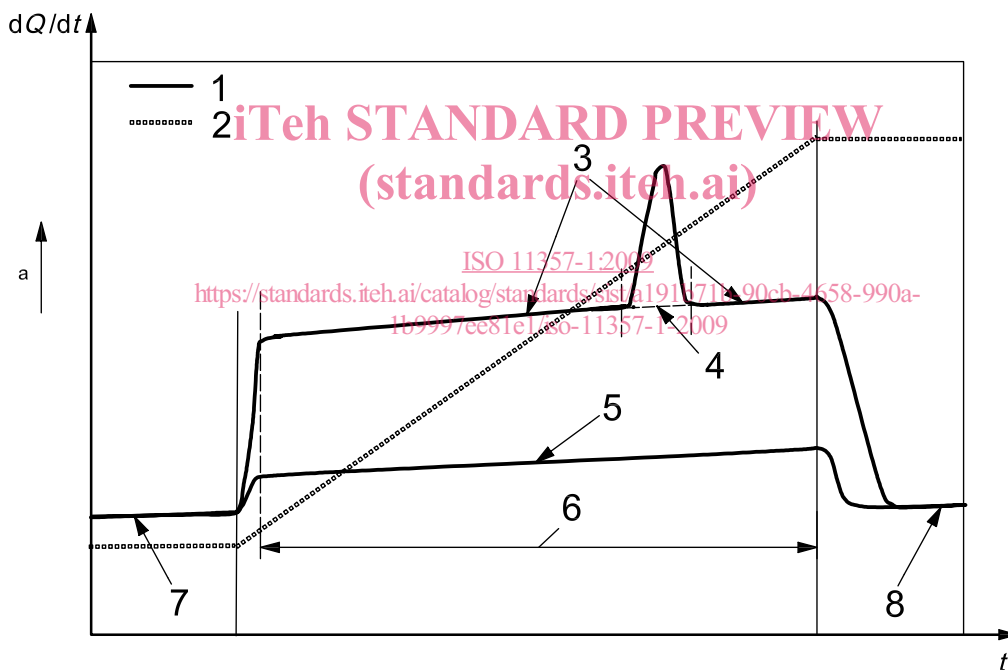
NOTE 2 Dans le cas des polymères, il faut veiller à ce que la capacité thermique massique mesurée ne comprenne pas également une variation de la chaleur qui serait due à une réaction chimique ou à une transition physique.

3.7
ligne de base

partie de la courbe enregistrée sans aucune réaction ni transition

NOTE 1 Il peut s'agir d'une ligne de base isotherme lorsque la température est maintenue constante ou d'une ligne de base dynamique lorsque la température est évolue conformément à un programme contrôlé de températures.

NOTE 2 Les lignes de base décrites de 3.7.1 à 3.7.3 se réfèrent à la plage quasi-stationnaire uniquement, c'est-à-dire lorsque l'appareil fonctionne dans des conditions stables après le début et avant la fin du cycle DSC (voir la Figure 1).



Légende

- | | | |
|---------------------------------------|---|----------------------------------|
| dQ/dt flux thermique | 3 | lignes de base de l'éprouvette |
| T température | 4 | ligne de base virtuelle |
| t temps | 5 | ligne de base de l'appareil |
| 1 dQ/dt par rapport à t (ou T) | 6 | plage quasi-stationnaire |
| 2 T par rapport à t | 7 | ligne de base initiale isotherme |
| | 8 | ligne de base finale isotherme |

a Direction endothermique.

Figure 1 — Dessin schématique des lignes de base

3.7.1**ligne de base de l'appareil**

courbe obtenue en utilisant uniquement des creusets vides, de masse et de matériau identiques, dans les positions de l'échantillon et de la référence de la cellule de DSC

NOTE La ligne de base de l'appareil est nécessaire pour les mesurages de la capacité thermique.

3.7.2**ligne de base de l'éprouvette**

courbe DSC obtenue en dehors de toute(s) zone(s) de réaction ou de transition alors que l'appareil est chargé d'éprouvettes et d'une référence

NOTE 1 Dans cette partie de la courbe enregistrée, la différence entre les flux thermiques de l'éprouvette et de la référence dépend exclusivement de la capacité thermique de l'éprouvette et de la ligne de base de l'appareil.

NOTE 2 La ligne de base de l'éprouvette reflète la dépendance relativement faible de la capacité thermique de l'éprouvette vis-à-vis de la température et est donc approximativement constante, c'est-à-dire que la ligne de base est approximativement plate.

NOTE 3 Pour les déterminations de la capacité thermique, les lignes de base isothermes initiale et finale sont exigées en plus de la courbe DSC dynamique ainsi que la ligne de base de l'instrument (voir la Figure 1).

3.7.3**ligne de base virtuelle**

ligne imaginaire tracée à travers la zone de réaction et/ou de transition, en supposant que la chaleur due à la réaction et/ou transition est nulle

NOTE 1 Elle est tracée en interpolant ou en extrapolant la ligne de base de l'éprouvette au moyen d'une ligne droite en supposant que la variation de la capacité thermique avec la température est linéaire. Il est pratique de représenter la ligne de base virtuelle sur la courbe DSC (voir les Figures 1 et 2).

NOTE 2 La ligne de base virtuelle tracée du début du pic T_i à la fin du pic T_f (pic de ligne de base) permet de déterminer la surface du pic à partir de laquelle la chaleur de transition peut être obtenue. En l'absence de variation significative de la capacité thermique pendant la transition ou la réaction, la ligne de base peut être tracée simplement en reliant le début du pic à la fin du pic de façon linéaire. En cas de variations significatives de la capacité thermique, des lignes de base sigmoïdales peuvent être utilisées.

NOTE 3 Les lignes de base virtuelles extrapolées et interpolées peuvent dévier l'une de l'autre (voir la Figure 2).

3.8**palier**

variation abrupte positive ou négative du niveau d'une courbe DSC maintenue dans une plage de température limitée

NOTE Un palier dans la courbe DSC est provoqué par exemple par des transitions vitreuses (voir la Figure 2).

3.8.1**hauteur de palier**

différence entre la hauteur des lignes de bases extrapolées après et avant le palier mesurée au temps ou à la température qui correspond au point sur la courbe DSC auquel la distance aux deux lignes de base est égale

3.9**pic**

partie de la courbe DSC qui s'écarte de la ligne de base pour atteindre un maximum ou un minimum, puis qui la rejoint

NOTE Un pic dans la courbe DSC peut indiquer une réaction chimique ou une transition du premier ordre. L'écart initial du pic par rapport à la ligne de base virtuelle correspond au début de la réaction ou de la transition.

3.9.1

pic endothermique

pic pour lequel le flux thermique fourni dans le creuset de l'éprouvette est supérieur à celui du compartiment de la référence

NOTE Cela correspond à une transition qui absorbe la chaleur.

3.9.2

pic exothermique

pic pour lequel le flux thermique fourni dans le creuset de l'éprouvette est inférieur à celui du compartiment de la référence

NOTE Cela correspond à une transition qui dégage de la chaleur.

3.9.3

surface du pic

surface délimitée par le pic et la ligne de base interpolée virtuelle

3.9.4

hauteur du pic

distance la plus importante dans la direction des ordonnées entre la ligne de base interpolée virtuelle et la courbe DSC pendant un pic

NOTE La hauteur du pic, qui est exprimée en watts (W) ou en watts par gramme (W/g), n'est pas nécessairement proportionnelle à la masse de l'éprouvette.

3.9.5

largeur du pic

distance entre les températures ou les temps initial(es) et final(es) d'un pic

3.10

températures conventionnelles, T , ou temps conventionnels, t

Ils sont définis à la Figure 2 qui montre une courbe DSC typique.

NOTE 1 Pour tous les types d'appareils de DSC, il faut distinguer deux types différents de températures:

- la température à la position de la référence
- la température à la position de l'échantillon.

De préférence, la température à la position de la référence doit être utilisée pour afficher des thermogrammes. Si la température de la position de l'échantillon est utilisée, alors cela doit être consigné dans le rapport d'essai.

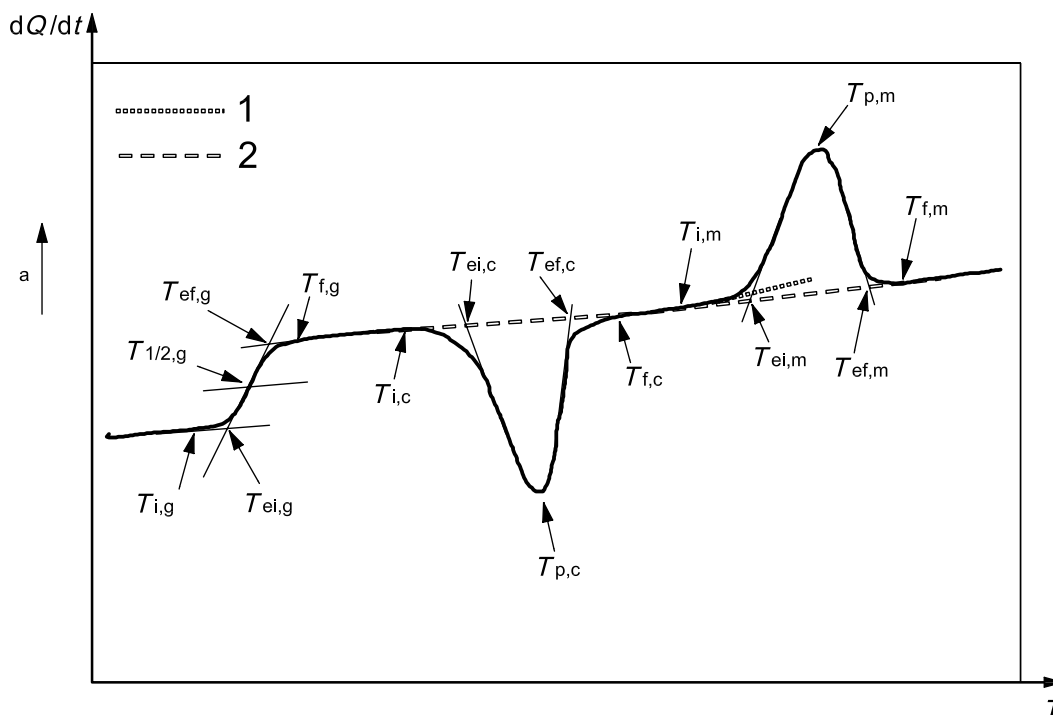
NOTE 2 Les températures conventionnelles sont exprimées en degrés Celsius (°C) les températures relatives et les différences de température en Kelvin (K) et le temps conventionnel en secondes (s) ou minutes (min) (voir la Figure 2).

NOTE 3 La courbe DSC peut également être tracée en utilisant le temps, t , en abscisses au lieu de la température, T .

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-1:2009

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso/11357-1/191b71b-90cb-4658-990a-1b-04037d5c174d/iso-11357-1-2009>



Légende

dQ/dt flux thermique
 T température (ou t , temps)

1 ligne de base extrapolée
 2 ligne de base interpolée
 (standards.iteh.ai)

Températures conventionnelles:

Le premier indice, ou couple d'indices, représente le point particulier du palier ou du pic:

- température initiale T_i premier écart détectable de la courbe DSC par rapport à la ligne de base initiale extrapolée;
- température initiale interpolée ou extrapolée T_{ei} (dans le cas d'un pic) intersection de la ligne de base virtuelle interpolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du début de pic ou (dans le cas d'un palier) de la ligne de base initiale extrapolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du palier;
- température médiane $T_{1/2}$ demi-hauteur d'un palier;
- température pic T_p différence la plus importante entre la courbe et la ligne de base virtuelle au cours d'un pic;
- température finale interpolée ou extrapolée T_{ef} (dans le cas d'un pic) intersection de la ligne de base interpolée virtuelle et de la tangente au niveau du point d'inflexion de la fin de pic ou (dans le cas d'un palier) de la ligne de base finale extrapolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du palier;
- température finale T_f dernier écart détectable de la courbe DSC par rapport à la ligne de base finale extrapolée.

Le second indice indique le type de transition:

- g transition vitreuse;
- c cristallisation;
- m fusion.
- a Direction endothermique.

Figure 2 — Courbe de DSC type (schématique)