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

**Partie 3:
Détermination de la température et de
l'enthalpie de fusion et de cristallisation**

*Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —
Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and
crystallization*

ISO 11357-3:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11357-3:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

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 11357-3 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 11357-3:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle intègre également l'Amendement ISO 11357-3:1999/Amd.1:2005. Les principales modifications sont les suivantes:

- une spécification des vitesses de balayage recommandées de 10 K/min ou 20 K/min a été indiquée;
- la Figure 1 a été mise à jour pour mieux refléter le profil d'un pic de fusion réel et les directions sur l'axe des ordonnées spécifiés dans l'ISO 11357-1.

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 11357-3:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 3:

Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 11357 peut impliquer l'emploi de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 11357 n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 11357 d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 spécifie une méthode permettant de déterminer les températures et les enthalpies de fusion et de cristallisation des plastiques cristallins ou partiellement cristallins.

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 472, *Plastiques — Vocabulaire* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>

ISO 11357-1:2009, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 et l'ISO 11357-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

fusion

transition entre un état solide entièrement ou partiellement cristallin et un état liquide amorphe de viscosité variable

NOTE Cette transition se caractérise par un pic endothermique sur la courbe DSC.

3.2

cristallisation

transition entre un état liquide amorphe et un état solide entièrement ou partiellement cristallin

NOTE Cette transition se caractérise par un pic exothermique sur la courbe DSC. Les cristaux liquides font exception à cette définition et il convient dans ce cas de remplacer le terme «liquide amorphe» par le terme «liquide à structure ordonnée».

3.3

enthalpie de fusion

chaleur requise pour faire fondre une matière à pression constante

NOTE Elle est exprimée en kilojoules par kilogramme (kJ/kg).

3.4

enthalpie de cristallisation

chaleur dégagée par le processus de cristallisation d'une matière à pression constante

NOTE Elle est exprimée en kilojoules par kilogramme (kJ/kg).

4 Principe

Voir l'ISO 11357-1:2009, Article 4.

5 Appareillage et matériaux

L'appareillage et les matériaux doivent être conformes à l'ISO 11357-1:2009, Article 5.

6 Éprouvette

L'éprouvette doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, Article 6.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Les conditions d'essai et le conditionnement des éprouvettes doivent être conformes à l'ISO 11357-1:2009, Article 7.

8 Étalonnage

L'étalonnage doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, Article 8.

9 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>

9.1 Mise en service de l'appareillage

La mise en service de l'appareillage doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, 9.1.

9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset

Le chargement de l'éprouvette doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, 9.2.

Sauf spécification contraire dans la norme de matériau, prélever de préférence une masse de 5 mg à 10 mg pour les mesurages. En cas de températures de transition élevées ou basses, il est possible d'utiliser des masses supérieures ou inférieures à 5 mg à 10 mg.

9.3 Mise en place des creusets dans l'appareillage

La mise en place des creusets dans l'appareillage doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, 9.3.

9.4 Balayage en température

9.4.1 Des vitesses de montée en température et de refroidissement autres que celles recommandées dans le présent document peuvent être utilisées par accord entre les parties intéressées. En particulier, des 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 en température et peuvent se révéler appropriées à la résolution de transitions se chevauchant étroitement.

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

9.4.3 Effectuer et enregistrer un premier cycle de chauffage en portant la cellule, de préférence à une vitesse de 10 K/min ou 20 K/min, à une température suffisamment élevée pour effacer tout antécédent thermique du matériau soumis à essai; il est d'usage de porter le matériau à 30 °C au-dessus de la température finale extrapolée de fusion, T_{efm} .

Les mesurages par analyse calorimétrique différentielle sur des polymères sont largement fonction des antécédents thermiques et de la morphologie de l'échantillon et de l'éprouvette. Il est important de réaliser un cycle de chauffage préliminaire et de n'effectuer les mesurages qu'à partir du deuxième cycle (voir l'ISO 11357-1:2009, Annexe E). 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 de chauffage. Cet écart par rapport au mode opératoire normal doit être consigné dans le rapport d'essai.

9.4.4 Maintenir la température pendant 5 min.

NOTE Un temps plus long peut être acceptable ou requis à condition qu'il n'engendre pas une dégradation du polymère.

9.4.5 Effectuer et enregistrer un cycle de refroidissement, de préférence à la même vitesse que celle utilisée pour les premier et deuxième cycles de chauffage, à une température inférieure d'environ 50 °C à la température finale extrapolée de cristallisation, T_{efc} .

NOTE En raison de la surfusion, la cristallisation ne se produit pas avant l'obtention d'un gradient de température suffisant, en général largement inférieur à la température de fusion.

9.4.6 Maintenir la température pendant 5 min.

9.4.7 Effectuer et enregistrer un deuxième cycle de chauffage, de préférence à la même vitesse que celle utilisée pour les premiers cycles de chauffage et de refroidissement (voir 9.4.1), à une température supérieure d'environ 30 °C à la température finale extrapolée de fusion, T_{efm} .

NOTE Il est important de créer des antécédents thermiques définis afin d'évaluer des résultats corrects.

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

9.4.9 Peser de nouveau le creuset et l'éprouvette, sauf s'il est connu que le matériau ne subit pas de perte de masse pendant l'expérience.

10 Expression des résultats

10.1 Détermination des températures de transition

Déterminer l'échelle de manière que le pic corresponde à au moins 25 % de la valeur à pleine échelle de la courbe. Construire la ligne de base du pic (voir Figure 1) en reliant la température initiale, T_{im} , et la température finale du pic, T_{fm} , au niveau desquelles le pic (pic endothermique pour la fusion, pic exothermique pour la cristallisation) «décolle» de la ligne de base quasi rectiligne. En cas de pics multiples, il convient de tracer une ligne de base couvrant tous les pics. Il convient ensuite de diviser l'évaluation entre chaque pic afin d'obtenir l'enthalpie la plus correcte.

Pour la courbe de transition vers la fusion, mesurer et enregistrer la température du pic de fusion, T_{pm} , pour chaque pic.

Il est acceptable d'indiquer la température initiale de la fusion si elle est demandée.

Pour la courbe de transition vers la cristallisation, mesurer et enregistrer pour chaque pic:

- la température initiale extrapolée de la cristallisation, T_{eic} ;
- la température du pic de cristallisation, T_{pc} .

Les températures initiale et finale extrapolées doivent être indiquées dans le rapport si la largeur du pic présente un intérêt.

10.2 Détermination des enthalpies (voir Figure 1)

Mesurer l'aire de la zone comprise entre le sommet du pic et la ligne de base construite conformément à 10.1.

Calculer l'enthalpie de fusion, ΔH_f (enthalpie de cristallisation, ΔH_C), en kilojoules par kilogramme (kJ/kg), à l'aide de l'équation suivante:

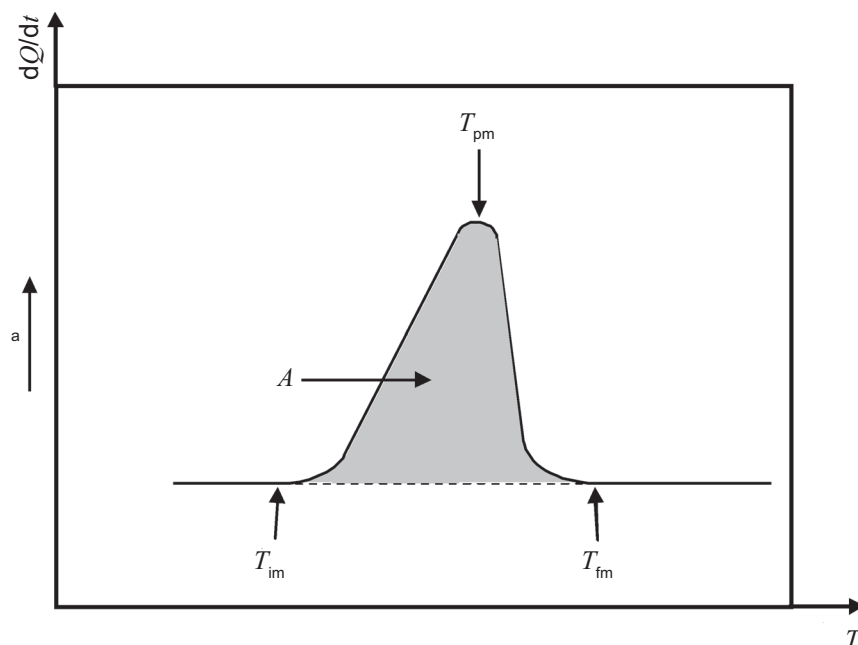
$$\Delta H = \Delta H_C \frac{m_C \cdot A \cdot B \cdot \sigma}{m \cdot A_C \cdot B_C \cdot \sigma_C}$$

où

- ΔH est l'enthalpie de fusion ou de cristallisation de l'éprouvette (kJ/kg);
- ΔH_C est l'enthalpie de fusion ou de cristallisation du matériau d'étalonnage (kJ/kg);
- A est l'aire du pic de l'éprouvette (mm²);
- A_C est l'aire du pic du matériau d'étalonnage (mm²);
- m est la masse de l'éprouvette (mg);
- m_C est la masse du matériau d'étalonnage (mg);
- σ est la sensibilité sur l'axe des y de l'éprouvette (mW/mm);
- σ_C est la sensibilité sur l'axe des y du matériau d'étalonnage (mW/mm);
- B est la sensibilité sur l'axe des x (base de temps) de l'éprouvette (s/mm);
- B_C est la sensibilité sur l'axe des x (base de temps) du matériau d'étalonnage (s/mm).

NOTE 1 Des équipements modernes peuvent être utilisés pour réaliser ce calcul.

NOTE 2 Dans le cas où il y aurait des différences significatives de capacité thermique massique entre les états solide et liquide du polymère, l'utilisation de lignes de base de type particulier, telles que des lignes de base sigmoïdes, peut améliorer les résultats.

**Légende** dQ/dt flux thermique T température A aire du pic a Direction endothermique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 1 — Détermination de l'enthalpie de transition
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1438b0e0-099b-46b2-9ccd-06654817d3e1/iso-11357-3-2011>

11 Fidélité

La fidélité de la présente méthode d'essai n'est pas connue faute de données interlaboratoires. Dès que des données interlaboratoires seront disponibles, il est prévu d'ajouter une déclaration de fidélité dans une prochaine révision de la présente partie de l'ISO 11357.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme à l'ISO 11357-1:2009, Article 10, avec l'ajout suivant.

Ajouter comme résultats d'essai au point m):

- les températures conventionnelles de transition T_{pm} , T_{eic} et T_{pc} et, si nécessaire, T_{eim} , T_{efm} et T_{efc} correspondant à chaque pic, ainsi que l'enthalpie, ΔH , correspondant à chaque pic, en kJ/kg, avec une décimale.