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

Partie 6:

**Détermination du temps d'induction
à l'oxydation (OIT isotherme) et de la
température d'induction à l'oxydation
(OIT dynamique)**

iTeh STANDARD-BREVIEW
(standards.iteh.ai)

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

*Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and
oxidation induction temperature (dynamic OIT)*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/49d01460-8252-439d-074d-c1ae6a1183b/iso-11357-6-2008>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11357-6:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49ddf460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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

Version française parue en 2011

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	2
4.1 Généralités	2
4.2 Temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme)	2
4.3 Température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)	2
5 Appareillage et matériaux	3
5.1 Généralités	3
5.2 Appareil DSC	3
5.3 Creusets	3
5.4 Débitmètre	3
5.5 Oxygène	3
5.6 Air	3
5.7 Azote	3
5.8 Sélecteurs de gaz et régulateurs	3
6 Éprouvettes	4
6.1 Généralités	4
6.2 Éprouvettes provenant de plaques moulées par compression	4
6.3 Éprouvettes provenant de plaques moulées par injection ou d'extrudats pour indice de fluidité	4
6.4 Éprouvettes provenant de pièces finies	4
7 Conditions d'essai et conditionnement de l'éprouvette	5
8 Étalonnage	5
8.1 Temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme)	5
8.2 Température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)	5
9 Mode opératoire	5
9.1 Réglage de l'appareil	5
9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset	5
9.3 Mise en place des creusets dans l'appareil	5
9.4 Débit d'azote, d'air et d'oxygène	6
9.5 Ajustement de la sensibilité	6
9.6 Réalisation des mesurages	6
9.7 Nettoyage	7
10 Expression des résultats	8
11 Fidélité et biais	10
12 Rapport d'essai	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 (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 11357-6 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 11357-6:2002), ainsi que l'ISO/TR 10837:1991, qui a fait l'objet d'une révision technique. Les modifications les plus importantes de cette révision sont:

- une méthode OIT dynamique, c'est-à-dire le mesurage de la température d'induction à l'oxydation, a été incluse;
- il est maintenant possible de réaliser des mesurages sous air comme sous oxygène;
- la gamme de tailles des éprouvettes a été restreinte et la taille de l'éprouvette a été redéfinie selon l'épaisseur au lieu de la masse; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49dd460-8232-439d-b74d-ISO 11357-6:2008>
- la possibilité de faire des mesurages de routine uniques, d'exactitude réduite, a été incluse.

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*

La présente version française de l'ISO 11357-6:2008 correspond à la version anglaise du 2008-11-15.

Introduction

Il convient de noter que le mesurage du temps ou de la température d'induction à l'oxydation, décrit dans la présente partie de l'ISO 11357, fournit un outil d'évaluation de la conformité du matériau soumis à essai selon une formulation donnée de composés plastiques, mais il n'est pas destiné à fournir la concentration en antioxydant. Des antioxydants différents peuvent avoir des temps ou des températures d'induction à l'oxydation différents. En raison de l'interaction des antioxydants avec d'autres substances dans la formulation, différents temps ou températures d'induction à l'oxydation peuvent être obtenus, même avec des produits ayant le même type et la même concentration d'antioxydant.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11357-6:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49dd460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49dd460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-6:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49ddf460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 6:

Détermination du temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient que l'utilisateur du présent document soit familier des pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 spécifie des méthodes de détermination du temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme) et de la température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique) des matériaux polymères au moyen de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC). Elle s'applique aux résines polyoléfiniques sous forme totalement stabilisée ou sous forme de composition, soit comme matières premières, soit comme produits finis. Elle peut s'appliquer à d'autres plastiques.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 293, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques*

ISO 294-3, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques — Partie 3: Plaques de petites dimensions*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 1872-2, *Plastiques — Polyéthylène (PE) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 1873-2, *Plastiques — Polypropylène (PP) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 8986-2, *Plastiques — Matériaux à base de polybutène-1 (PB-1) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 11357-1:—¹⁾, *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.

1) À publier. (Révision de l'ISO 11357-1:1997.)

3.1 temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme)
mesure relative de la résistance d'un matériau stabilisé à la décomposition par oxydation, déterminée par le mesurage calorimétrique de l'intervalle de temps du début de l'oxydation exothermique du matériau sous oxygène ou sous air, à une température spécifiée, sous pression atmosphérique

NOTE Il est exprimé en minutes (min).

3.2 température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)
mesure relative de la résistance d'un matériau stabilisé à la décomposition par oxydation, déterminée par le mesurage calorimétrique de la température du début de l'oxydation exothermique du matériau soumis à une vitesse de chauffage spécifiée, sous oxygène ou sous air, sous pression atmosphérique

NOTE Elle est exprimée en degrés Celsius (°C).

4 Principe

4.1 Généralités

La durée ou la température, à laquelle un système stabilisateur antioxydant présent dans une éprouvette empêche l'oxydation, est mesurée pendant que l'éprouvette est maintenue isotherme à une température spécifiée ou chauffée à une vitesse constante, dans une atmosphère d'oxygène ou d'air. Le temps ou la température d'induction à l'oxydation constitue une évaluation du niveau (ou degré) de stabilisation du matériau soumis à essai. Des températures d'essai supérieures aboutissent à des temps d'induction à l'oxydation inférieurs, des vitesses de chauffage rapides aboutissent à des températures d'induction à l'oxydation supérieures. Le temps et la température d'induction à l'oxydation dépendent également de la surface de l'éprouvette soumise à l'oxydation. Il convient de noter que les essais effectués avec de l'oxygène pur aboutissent à un temps ou à une température d'induction à l'oxydation inférieurs à ceux des essais réalisés dans des conditions atmosphériques normales d'air.

NOTE Le temps ou la température d'induction à l'oxydation peut indiquer le niveau d'antioxydant effectif présent dans l'éprouvette. Il convient toutefois d'interpréter avec précaution les données, puisque la cinétique de la réaction d'oxydation est une fonction de la température et des propriétés inhérentes des additifs contenus dans l'échantillon. Par exemple, les résultats du temps ou de la température d'induction à l'oxydation sont souvent utilisés pour sélectionner les formulations de résine optimales. Les antioxydants volatiles ou les différences dans l'énergie d'activation des réactions d'oxydation peuvent avoir pour conséquence des résultats relatifs au temps ou à la température d'induction par oxydation faibles, même si les antioxydants peuvent avoir des résultats convenables à la température prévue d'utilisation du produit fini.

4.2 Temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme)

L'éprouvette et le matériau de référence sont chauffés à une vitesse constante dans un environnement gazeux inerte (sous un flux d'azote). Lorsque la température spécifiée a été atteinte, l'atmosphère est remplacée par de l'oxygène ou de l'air maintenu au même débit. L'éprouvette est alors maintenue à une température constante jusqu'à ce que la réaction d'oxydation soit visualisée sur la courbe de température. L'OIT isotherme est l'intervalle de temps entre l'instant correspondant à l'initiation du flux d'oxygène ou d'air et le début de la réaction d'oxydation. Le début de l'oxydation est indiqué par une augmentation brutale de la chaleur dissipée par l'éprouvette et peut être observée par analyse calorimétrique différentielle (DSC). L'OIT isotherme est déterminé conformément à 9.6.1.

4.3 Température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)

L'éprouvette et le matériau de référence sont chauffés à une vitesse constante sous atmosphère d'oxygène ou d'air jusqu'à ce que la réaction d'oxydation soit visualisée sur la courbe de température. L'OIT dynamique correspond à la température au début de la réaction d'oxydation. Le début de l'oxydation est indiqué par une augmentation brutale de la chaleur dissipée par l'éprouvette et peut être observée par analyse calorimétrique différentielle (DSC). L'OIT dynamique est déterminée conformément à 9.6.2.

5 Appareillage et matériaux

5.1 Généralités

Voir aussi l'ISO 11357-1:—, Article 5.

Les paragraphes 5.5 à 5.8 doivent être suivis selon le cas (les paragraphes 5.7 et 5.8 sont exigés uniquement pour les mesurages du temps d'induction à l'oxydation).

5.2 Appareil DSC

L'appareil DSC doit pouvoir atteindre une température maximale d'au moins 500 °C. Pour les mesurages du temps d'induction à l'oxydation, il doit permettre le maintien d'une stabilité isotherme de $\pm 0,3$ °C à la température d'essai pendant la durée de l'essai, habituellement 60 min.

Pour les mesurages de haute précision, une stabilité isotherme de $\pm 0,1$ °C est recommandée.

5.3 Creusets

Les éprouvettes doivent être placées dans des creusets ventilés, ouverts ou fermés, permettant un contact stable avec l'atmosphère environnante. Il convient que les creusets soient de préférence en aluminium. Les creusets constitués de différents matériaux peuvent être utilisés après accord entre les parties intéressées.

NOTE La composition du matériau du creuset peut avoir une influence significative sur les résultats de mesure du temps ou de la température d'induction à l'oxydation (y compris les effets catalyseurs associés). Le type de système de confinement utilisé dépend de l'application prévue du matériau soumis à essai. Les polyoléfines utilisées dans l'industrie des câbles requièrent habituellement des creusets en cuivre ou en aluminium tandis que pour les polyoléfines utilisées dans les géomembranes et dans les applications pour les films d'étanchéité à la vapeur, seuls des creusets en aluminium sont utilisés.

[ISO 11357-6:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49dd460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008)

5.4 Débitmètre <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/49dd460-8232-439d-b74d-c1aef6a1183b/iso-11357-6-2008>

Pour l'étalonnage du débit de gaz, un dispositif de mesure du débit comme un rotamètre ou un débitmètre «à film de savon» doit être utilisé avec une valve de réglage du débit. Les dispositifs de contrôle de débit massique doivent être étalonnés par rapport à un dispositif à déplacement positif.

5.5 Oxygène

L'oxygène utilisé doit être de très haute pureté à 99,5 % (extra sec) ou de qualité supérieure.

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de gaz sous pression, il est nécessaire d'utiliser des techniques de manipulation sûres et appropriées. De plus, l'oxygène est un oxydant puissant qui accélère fortement la combustion. Maintenir les huiles et les graisses éloignées du matériel utilisant ou contenant de l'oxygène.

5.6 Air

L'air sous pression utilisé doit être sec et exempt d'huiles et de graisses.

5.7 Azote

L'azote utilisé doit être de très haute pureté à 99,99 % (extra sec) ou de qualité supérieure.

5.8 Sélecteurs de gaz et régulateurs

L'appareil DSC utilisé pour le mesurage du temps d'induction à l'oxydation doit permettre de changer d'atmosphère en cours d'essai, entre azote et oxygène, ou air. Il convient de maintenir une distance aussi courte que possible entre l'endroit de sélection du gaz et la cellule d'essai de l'appareil, avec un temps mort

inférieur à 1 min, pour réduire le «volume mort». Par conséquent, pour un débit de 50 ml/min, le volume mort aurait été inférieur à 50 ml.

NOTE Si le temps mort est connu, il est possible d'accroître la précision. L'une des possibilités de détermination du temps mort est de réaliser un essai en utilisant un matériau non stabilisé qui s'oxydera immédiatement en présence d'oxygène. Le temps d'induction de cet essai apporte une correction aux déterminations d'OIT suivantes.

6 Éprouvettes

6.1 Généralités

Voir l'ISO 11357-1:—, Article 6.

Les éprouvettes doivent avoir une épaisseur constante de (650 ± 100) μm et des faces parallèles, être planes et exemptes de bavures ou de marques.

NOTE En fonction du matériau et de l'historique de sa mise en œuvre, de ses dimensions et des conditions d'utilisation, les méthodes d'échantillonnage et de préparation de l'éprouvette peuvent être cruciales pour la cohérence des résultats et leur signification. De plus, le rapport surface/volume de l'éprouvette, une homogénéité de l'éprouvette médiocre, des contraintes résiduelles ou une absence de contact entre l'éprouvette et le creuset peuvent affecter la fidélité de l'essai.

Si les mesurages du profil d'OIT dans l'épaisseur de l'éprouvette sont exigés, il peut être nécessaire d'utiliser des éprouvettes d'une épaisseur inférieure à 650 μm . Ce fait doit être consigné dans le rapport d'essai.

6.2 Éprouvettes provenant de plaques moulées par compression

D'après l'ISO 293 ou toute autre norme de produit pertinente sur les polyoléfines comme l'ISO 1872-2 relative au PE, l'ISO 1873-2 relative au PP ou l'ISO 8986-2 relative au PB-1, l'échantillon pour essai doit être moulé par compression dans une feuille d'une épaisseur conforme à 6.1 afin de produire une éprouvette d'épaisseur et de morphologie compatible. Sinon, une éprouvette d'épaisseur appropriée peut être découpée dans une plaque épaisse moulée par compression. Si aucune durée de chauffage n'est spécifiée dans la norme de produit pertinente, le chauffage à la température de moulage doit être limité à 5 min. Il convient d'utiliser de préférence un emporte-pièce pour découper dans la plaque un disque d'un diamètre sensiblement inférieur au diamètre interne du creuset-échantillon. Les éprouvettes en forme de disques doivent être assez petites pour rester à plat dans le creuset et ne doivent pas être entassées pour augmenter la masse.

NOTE La masse des éprouvettes varie en fonction du diamètre du disque. Pour un diamètre caractéristique de 5,5 mm, les éprouvettes en forme de disque découpées dans une feuille ont une masse d'environ 12 mg à 17 mg, en fonction de la masse volumique du matériau.

6.3 Éprouvettes provenant de plaques moulées par injection ou d'extrudats pour indice de fluidité

Les éprouvettes peuvent également être obtenues à partir d'échantillons moulés par injection ayant une épaisseur conforme à 6.1, par exemple préparée conformément à l'ISO 294-3 ou toute autre norme de produit pertinente sur les polyoléfines comme l'ISO 1872-2 relative au PE, l'ISO 1873-2 relative au PP ou l'ISO 8986-2 relative au PB-1. Il convient d'utiliser de préférence un emporte-pièce pour découper dans la plaque un disque d'un diamètre inférieur au diamètre interne du creuset-échantillon.

Les éprouvettes peuvent également être découpées dans des extrudats d'appareils de mesure de l'indice de fluidité. Dans ce cas, l'éprouvette doit être découpée perpendiculairement à la longueur de l'extrudat. Un examen visuel de l'éprouvette doit être effectué pour assurer qu'elle est exempte de «vides». Il convient d'utiliser de préférence un microtome pour découper des éprouvettes d'une épaisseur constante de (650 ± 100) μm .

6.4 Éprouvettes provenant de pièces finies

Des tuyaux et raccords sont des exemples de ces pièces. Des morceaux en forme de disque doivent être découpés dans la pièce finie selon la norme de référence afin d'obtenir des éprouvettes d'une épaisseur de (650 ± 100) μm .

Le mode opératoire suivant est recommandé pour préparer des éprouvettes à partir de pièces finies à paroi épaisse: enlever une section transversale de la paroi en utilisant une carotteuse dirigée radialement dans la paroi, avec un diamètre du carottage sensiblement inférieur au diamètre interne du creuset-échantillon. Prendre soin d'éviter tout échauffement de l'éprouvette pendant l'opération de découpage. Découper des disques d'une épaisseur spécifiée dans le carottage, en utilisant de préférence un microtome. Si les effets de surface sont jugés importants, découper des disques dans les faces intérieures et extérieures, et les soumettre à essai, face d'origine vers le haut. Si les caractéristiques du matériau de base sont souhaitées, découper un disque à mi-hauteur du carottage, en enlevant les faces extérieures et intérieures.

7 Conditions d'essai et conditionnement de l'éprouvette

Voir l'ISO 11357-1:—, Article 7.

8 Étalonnage

8.1 Temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme)

Un mode opératoire d'étalonnage à deux températures doit être utilisé. De l'indium et de l'étain peuvent être utilisés comme matériaux étalons dans le cas des polyoléfines puisque leurs températures de fusion respectives englobent la plage de températures d'analyse spécifiées (180 °C à 230 °C). Si des recherches sont faites sur d'autres plastiques, il peut être nécessaire d'utiliser d'autres matériaux étalons. L'appareil doit être étalonné conformément à l'ISO 11357-1:—, Article 8. L'étalonnage doit être effectué sous azote en utilisant des creusets fermés.

Les profils de fusion suivants doivent être utilisés si le mode opératoire d'étalonnage n'apporte pas de correction de la vitesse de chauffage:

Indium: température ambiante à 145 °C à 10 °C/min, 145 °C à 165 °C à 1 °C/min;

Étain: température ambiante à 220 °C à 10 °C/min, 220 °C à 240 °C à 1 °C/min.

8.2 Température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique)

L'appareil doit être étalonné conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 11357-1:—, Article 8, en utilisant de l'azote ou de l'air comme gaz de purge.

9 Mode opératoire

9.1 Réglage de l'appareil

Voir l'ISO 11357-1:—, 9.1.

9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset

Voir l'ISO 11357-1:—, 9.2.

Si l'éprouvette est découpée dans la face interne ou externe d'un tube ou d'un raccord, elle doit être placée dans le creuset, la face étudiée vers le haut. L'éprouvette doit être pesée à $\pm 0,5$ mg près car le flux thermique n'est pas le point principal dans ce cas. L'éprouvette en forme de disque est placée dans un creuset approprié. Si un couvercle est nécessaire, il doit être percé pour permettre un flux d'oxygène ou d'air vers l'éprouvette. Les creusets ne doivent pas être scellés sauf s'ils sont ventilés.

9.3 Mise en place des creusets dans l'appareil

Voir l'ISO 11357-1:—, 9.3.