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

Partie 2:

**Détermination de la température de
transition vitreuse et de la hauteur de
palier de transition vitreuse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

*Part 2: Determination of glass transition temperature and glass
transition step height*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et 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 Mise en service de l'appareillage.....	2
9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset.....	2
9.3 Mise en place des creusets dans l'appareillage.....	2
9.4 Mesurage par balayage des températures.....	2
10 Expression des résultats	3
10.1 Détermination des températures de transition vitreuse.....	3
10.2 Détermination de la hauteur de palier de transition vitreuse.....	5
11 Fidélité	5
12 Rapport d'essai	5
Bibliographie	6

ISO 11357-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>

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 11357-2 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 11357-2:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- suppression du texte en double contenu dans l'ISO 11357-1
- inclusion de la détermination de la hauteur de palier;
- transfert de la description des températures conventionnelles de transition vitreuse de 3.3 vers [10.1](#);
- inclusion de méthodes supplémentaires de détermination de T_g , basées sur le point d'inflexion et le calcul de l'égalité des surfaces.

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 et de la hauteur de palier 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*

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 2:

Détermination de la température de transition vitreuse et de la hauteur de palier de transition vitreuse

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 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 des méthodes permettant de déterminer la température de transition vitreuse et la hauteur de palier de transition vitreuse associées à la transition vitreuse des plastiques amorphes et semi-cristallins.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 11357-1, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour le besoin du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11357-1 ainsi que les suivants 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

T_g

valeur conventionnelle du domaine de température dans lequel se produit la transition vitreuse

Note 1 à l'article: 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 le mesurage.

3.3

hauteur de palier de transition vitreuse

$\Delta c_p(T_g)$

différence de capacité thermique massique à T_g

Note 1 à l'article: Voir [Figure 1](#) et [Figure 2](#).

Note 2 à l'article: Pour les polymères partiellement cristallins, la hauteur de palier de transition vitreuse est proportionnelle au contenu amorphe.

4 Principe

Le principe est spécifié dans l'ISO 11357-1.

La variation du flux thermique en fonction de la température est mesurée et la température et la hauteur de palier de transition vitreuse sont déterminées sur la courbe ainsi obtenue.

5 Appareillage et matériaux

L'appareillage et les matériaux sont spécifiés dans l'ISO 11357-1.

6 Éprouvettes

Les éprouvettes sont spécifiées dans l'ISO 11357-1.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Les conditions d'essai et le conditionnement des éprouvettes sont spécifiés dans l'ISO 11357-1.

8 Étalonnage

L'étalonnage est spécifié dans l'ISO 11357-1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>

[ISO 11357-2:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013)

9.1 Mise en service de l'appareillage

Le mode opératoire de mise en service de l'appareillage est spécifié dans l'ISO 11357-1.

9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset

Le mode opératoire de chargement de l'éprouvette dans le creuset est spécifié dans l'ISO 11357-1.

Déterminer la masse de 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.

9.3 Mise en place des creusets dans l'appareillage

Le mode opératoire pour la mise en place des creusets est spécifié dans l'ISO 11357-1.

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 cycle thermique préliminaire en portant le creuset, à une vitesse de balayage des températures de 20 K/min, à une température suffisamment élevée pour effacer tout antécédent thermique des matériaux soumis à 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 de l'éprouvette. Il est important de réaliser un cycle

thermique préliminaire et les mesurages doivent de préférence être effectués au deuxième balayage de montée en température (voir l'ISO 11357-1). Dans le cas où le matériau est réactif ou si l'on désire évaluer les propriétés d'une éprouvette ayant subi un conditionnement préalable spécial, les données peuvent être relevées pendant le premier balayage de montée en température. Cet écart par rapport au mode opératoire normal doit être consigné dans le rapport d'essai (voir [Article 12](#)).

9.4.3 Maintenir la température pendant 5 min sauf si un temps plus court est requis à cause de la décomposition de l'éprouvette.

9.4.4 Refroidir à 50 °C environ en dessous de la température prévue de transition vitreuse en utilisant une vitesse de balayage des températures de 20 K/min.

NOTE Dans des cas particuliers, par exemple s'il faut mesurer la cristallisation froide, il peut être nécessaire de procéder à un refroidissement par trempe.

9.4.5 Maintenir la température pendant 5 min.

9.4.6 Procéder à un deuxième cycle thermique en portant le creuset, à une vitesse de balayage des températures de 20 K/min, à une température supérieure d'environ 30 °C à la température finale extrapolée de transition vitreuse ($T_{ef,g}$) 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. Il est préférable d'utiliser des vitesses de balayage identiques pour les cycles de chauffage et de refroidissement. 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>

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

9.4.9 S'il y a eu perte de masse, il convient de suspecter une modification chimique. Ouvrir le creuset et examiner l'éprouvette. Si cette dernière s'est détériorée, rejeter les résultats d'essai et de renouveler 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.

9.4.10 Les exigences relatives à la répétition des essais doivent être indiquées par les normes de référence ou, s'il n'en existe pas, elle doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

10 Expression des résultats

10.1 Détermination des températures de transition vitreuse

10.1.1 Généralités

Déterminer la température de transition vitreuse à l'aide de l'une des méthodes données en [10.1.2](#) à [10.1.4](#).

La méthode de détermination de T_g doit figurer dans le rapport d'essai (voir [Article 12](#))

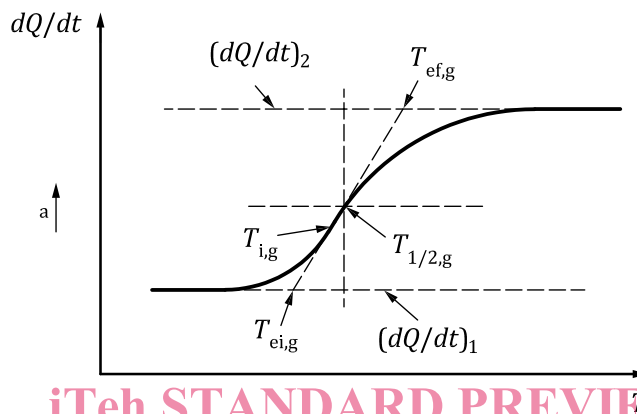
10.1.2 Méthode de la hauteur de demi-palier

Attribuer la transition vitreuse à la température, $T_{1/2,g}$, à laquelle la courbe DSC mesurée est au point d'intersection avec une ligne équidistante entre les deux lignes de base extrapolées (voir [Figure 1](#)).

10.1.3 Méthode du point d'inflexion

Attribuer la transition vitreuse à la température du point d'inflexion, $T_{i,g}$, de la courbe DSC mesurée dans le domaine de transition vitreuse (voir [Figure 1](#)).

Le point d'inflexion, $T_{i,g}$, est obtenu en déterminant la température correspondant au maximum du signal dérivé de DSC ou à la pente la plus importante dans le domaine de transition vitreuse.



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

- dQ/dt flux thermique
- T température
- $(dQ/dt)_1$ flux thermique inférieur à T_g
- $(dQ/dt)_2$ flux thermique supérieur à T_g
- $T_{1/2,g}$ T_g mesurée par la méthode de la hauteur de demi-palier ([10.1.2](#))
- $T_{i,g}$ T_g mesurée par la méthode du point d'inflexion ([10.1.3](#))
- $T_{ei,g}$ température initiale extrapolée de transition vitreuse
- $T_{ef,g}$ température extrapolée finale de transition vitreuse
- a Direction endothermique.

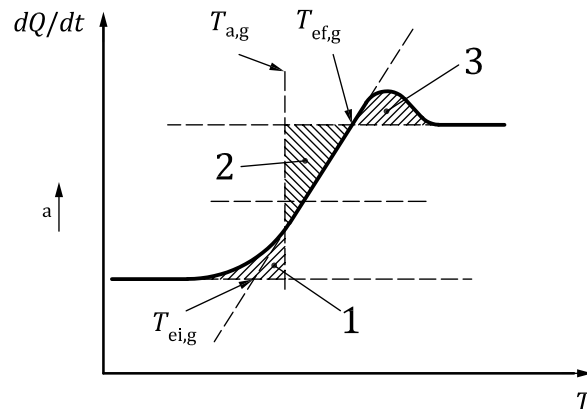
ISO 11357-2:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12834985-1cbd-4b49-8c36-aa4ceeabc9d3/iso-11357-2-2013>

Figure 1 — Exemples de détermination des températures conventionnelles de transition vitreuse conformément à [10.1.2](#) et [10.1.3](#)

10.1.4 Méthode d'égalité des surfaces

Attribuer la transition vitreuse à la température, $T_{a,g}$, obtenue en traçant une ligne verticale de sorte que les surfaces entre le tracé DSC et les lignes de base inférieure et supérieure à la courbe soient égales, c'est-à-dire $1 + 3 = 2$ (voir [Figure 2](#))^[9].

NOTE La transition vitreuse étant un phénomène cinétique, la température de transition vitreuse dépend de la vitesse de refroidissement réelle utilisée et des conditions de recuit à températures inférieures à T_g . Les transitions vitreuses non perturbées sont obtenues seulement si la vitesse de refroidissement et la vitesse de chauffage qui suit sont identiques et qu'aucun vieillissement physique significatif ne se produit en raison d'un recuit à température inférieure à T_g . Si un échantillon est refroidi beaucoup plus lentement ou recuit à température inférieure à T_g , des relaxations d'enthalpie peuvent se produire, entraînant des pics endothermes juste au-dessus de T_g . Les pics dus à la relaxation d'enthalpie disparaissent en extrapolant à des vitesses de chauffage nulles. La méthode d'égalité des surfaces fournit le meilleur mode opératoire pour obtenir des températures de transition vitreuse correctes en cas d'apparition de relaxations d'enthalpie.



Légende

dQ/dt	flux thermique
T	température
1, 2, 3	surfaces entre le tracé DSC et les lignes de base (voir 10.1.4)
$T_{a,g}$	T_g mesurée par la méthode d'égalité des surfaces (10.1.4)
$T_{ei,g}$	température initiale extrapolée de transition vitreuse
$T_{ef,g}$	température extrapolée finale de transition vitreuse
a	Direction endothermique.

Figure 2 — Exemple de détermination de la température conventionnelle de transition vitreuse conformément à 10.1.4 (standards.iteh.ai)

10.2 Détermination de la hauteur de palier de transition vitreuse

Après avoir déterminé la température de transition vitreuse à l'aide d'une des méthodes données en 10.1.2 à 10.1.4, extrapoler les lignes de base en dessous de la transition vitreuse vers les températures plus élevées et au-dessus de la transition vitreuse vers les températures inférieures. La variation de la capacité thermique massique $\Delta c_p(T_g)$ correspondant à la transition vitreuse doit être obtenue à partir de la différence entre les flux thermiques au-dessus et en dessous de la transition vitreuse, tous deux extrapolés à T_g , $(dQ/dt)_2 - (dQ/dt)_1$.

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, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors de la révision de la présente partie de l'ISO 11357.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai est spécifié dans l'ISO 11357-1.

Consigner comme résultats d'essais [point m)], la méthode utilisée pour la détermination de T_g , les températures conventionnelles de transition vitreuse $T_{ei,g}$, $T_{ef,g}$ et $T_{1/2,g}$, $T_{i,g}$, ou $T_{a,g}$, selon le cas, exprimées en degrés Celsius et arrondies au nombre entier le plus proche et, le cas échéant, la hauteur de palier à température de transition vitreuse $\Delta c_p(T_g)$, en watts ou en milliwatts, arrondie à deux chiffres significatifs.