
**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*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4c82f55-4868-4397-8bc7-b906a487f6ec/iso-11357-5-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-5:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4c82f55-d868-4397-8bc7-b906a487f6ec/iso-11357-5-2013>



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	1
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 en température.....	2
9.3 Méthode isotherme.....	3
10 Détermination des résultats	4
10.1 Détermination des températures caractéristiques et de l'enthalpie de réaction (méthode par balayage en température).....	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	9
12 Rapport d'essai	9
Bibliographie	11

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 11357-5 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 11357-5:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- adaptation de la définition des températures caractéristiques et de la direction correspondant aux pics endothermiques/exothermiques conformément à l'ISO 11357-1;
- révision de la détermination des résultats;
- révision du rapport d'essai.

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 5:

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

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.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 spécifie une méthode de détermination des températures et temps de réaction, des enthalpies de réaction et degrés de transformation, en utilisant une analyse calorimétrique différentielle (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.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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

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 ayant réagi obtenue lors d'une réaction en comparaison avec la quantité maximale possible de ce produit

Note 1 à l'article: Le degré de transformation dépendra du temps et de la température.

4 Principe

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

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

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.

Sauf spécification contraire, utiliser une masse de 5 mg à 20 mg et ajuster la masse de l'éprouvette si l'effet thermique est trop élevé ou trop faible.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Pour les polymères, les conditions d'essai et le conditionnement de l'éprouvette sont spécifiés dans l'ISO 11357-1.

Pour les éprouvettes dégageant 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.

Des modes opératoires de conditionnement appropriés doivent faire l'objet d'un accord entre les parties concernées et être inclus dans le rapport d'essai.

8 Étalonnage

L'étalonnage est spécifié dans l'ISO 11357-1. [ISO 11357-5:2013
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4c82f55-d868-4397-8bc7-b906a487f6ec/iso-11357-5-2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4c82f55-d868-4397-8bc7-b906a487f6ec/iso-11357-5-2013)

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

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

- méthode par balayage en température;
- méthode isotherme.

9.2 Méthode par balayage en température

La méthode par balayage en température est spécifiée dans l'ISO 11357-1.

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 K/min à 20 K/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 peut être 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 chargée dans le porte-échantillon DSC:

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

NOTE Le choix du mode opératoire dépend du modèle du calorimètre utilisé pour l'essai. Le choix de la température de mesure 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 Méthode à température constante

- a) Placer le creuset de référence dans le calorimètre.
- b) Régler l'instrument à la température de mesure 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 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 corriger 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. L'état de l'éprouvette peut également avoir subi des modifications pendant la réaction. La soustraction des deux diagrammes peut par conséquent introduire une erreur.

9.3.3 Mode opératoire démarrant à température ambiante

- a) Placer les creusets (de référence et contenant l'éprouvette) dans le calorimètre, à température ambiante.
- b) Augmenter la température du calorimètre, à la plus grande vitesse possible, jusqu'à la température de mesure choisie.
- c) Enregistrer le diagramme DSC.
- d) Laisser le calorimètre refroidir jusqu'à 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 corriger la perturbation du calorimètre due au processus de chauffage rapide).

NOTE Pour ce type d'essai, l'état de l'éprouvette peut également avoir subi des modifications pendant la réaction. La soustraction des deux diagrammes peut par conséquent introduire une erreur.

9.3.4 Enthalpie résiduelle

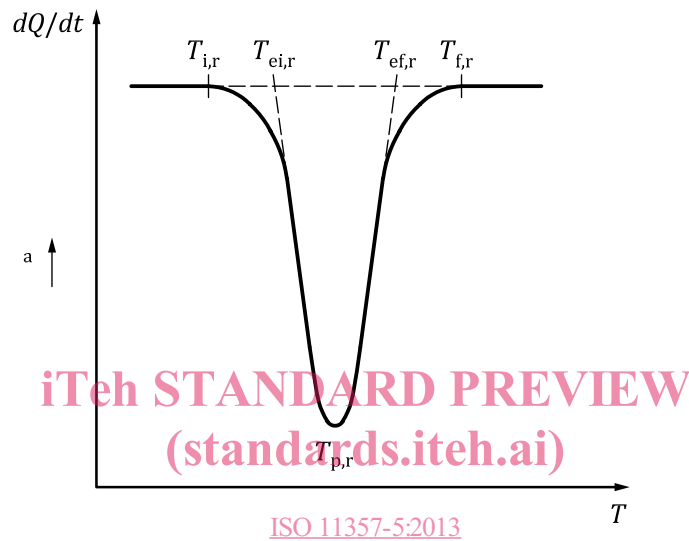
À l'issue d'un essai isotherme effectué conformément à 9.3.2 ou 9.3.3, laisser l'instrument refroidir jusqu'à température ambiante, l'éprouvette étant toujours dans le porte-échantillon. Ensuite, chauffer

l'éprouvette à une température inférieure à la décomposition de 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 réaction additionnelle a lieu). Ajouter cette enthalpie à la valeur isotherme pour obtenir l'enthalpie de réaction totale.

10 Détermination des résultats

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

Voir [Figure 1](#). Voir également l'ISO 11357-1.



ISO 11357-5:2013
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4c82f55-d868-4397-8bc7-b906a487f6ec/iso-11357-5-2013>

Légende

- dQ/dt flux thermique
- T température
- a Sens endothermique.

Figure 1 — Diagramme DSC avec pic exothermique (méthode par balayage en température)

Les températures indiquées à la [Figure 1](#) sont les suivantes:

- $T_{i,r}$ début de la réaction, correspondant au point auquel le diagramme DSC s'écarte de la ligne de base extrapolée initiale;
- $T_{ei,r}$ 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;
- $T_{p,r}$ vitesse maximale de la réaction, correspondant au sommet du pic;
- $T_{ef,r}$ 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;
- $T_{f,r}$ fin de la réaction, correspondant au retour du diagramme DSC au niveau de la ligne de base extrapolée finale.

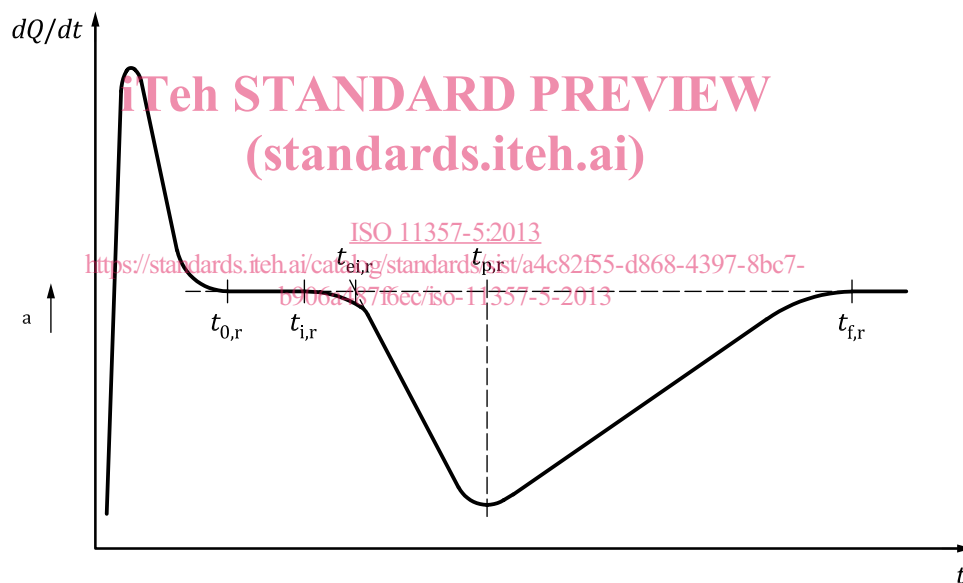
L'enthalpie de la réaction ΔH_r , en joules par gramme, est obtenue par l'intégration de la surface entre le pic de la réaction et la ligne de base interpolée de $T_{i,r}$ à $T_{f,r}$.

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

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

Noter le temps $t_{0,r}$ au bout duquel l'éprouvette atteint la température d'équilibre. Généralement, $t_{0,r}$ est le temps au bout duquel le diagramme DSC revient à la ligne de base isotherme obtenue en reliant les parties horizontales du diagramme DSC avant et après le pic de la réaction isotherme. Mesurer les temps suivants à partir de ce point (voir Figure 2):

$t_{i,r}$	début de la réaction, correspondant au point auquel le diagramme DSC s'écarte de la ligne de base interpolée initiale;
$t_{ei,r}$	temps initial extrapolé de la réaction, correspondant au point d'intersection de la ligne de base interpolée du côté temps court du diagramme avec la tangente au point d'inflexion;
$t_{p,r}$	vitesse maximale de la réaction, correspondant au sommet du pic;
$t_{f,r}$	fin de la réaction, correspondant au retour du signal DSC au niveau de la ligne de base interpolée finale.



Légende

dQ/dt	flux thermique
t	temps
a	Sens endothermique.

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

L'enthalpie de la réaction pendant la phase isotherme est obtenue par l'intégration de la surface entre le pic de la réaction et la ligne de base interpolée de $t_{i,r}$ à $t_{f,r}$.

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

Lorsque la réaction démarre instantanément, le diagramme ressemble à la Figure 3. Dans de tels cas, $t_{i,r}$ et $t_{ei,r}$ ne peuvent pas être mesurés. Le temps $t_{i,r}$ est pris égal à $t_{0,r}$.