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

**Partie 4:
Détermination de la capacité
thermique massique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —
Part 4: Determination of specific heat capacity*
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-4:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-4:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
4.1 Généralités.....	2
4.2 Méthode de balayage continu.....	3
4.3 Méthode de balayage par paliers.....	4
5 Appareillage	4
6 Éprouvette	4
7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Sélection des creusets.....	5
8.2 Réglage de l'appareil et ajustement des lignes de base isothermes.....	5
8.3 Mesurage de la capacité thermique massique du matériau d'étalonnage.....	6
8.4 Cycle de l'éprouvette.....	8
9 Détermination des capacités thermiques massiques	8
9.1 Calcul des capacités thermiques massiques.....	8
9.2 Arrondi numérique des résultats.....	8
10 Fidélité et biais	9
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Expression approximative de la capacité thermique massique de l'alumine-α pure [3] to [5]	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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2, www.iso.org/directives.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/brevets.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Foreword - Supplementary information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f10299bf64/iso-11357-4-2014>

L'ISO 11357-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physiques et chimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11357-4:2005). Cette révision mineure inclut les modifications suivantes:

- a) toutes les références normatives ont été changées en références non datées;
- b) le terme «pan» a été remplacé par «crucible» dans l'ensemble de la version anglaise (version française inchangée);
- c) le sens endothermique a été ajouté dans toutes les figures et légendes.

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*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-4:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-4:2014](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 4: Détermination de la capacité thermique massique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11357 spécifie des méthodes de détermination de la capacité thermique massique des plastiques par analyse calorimétrique différentielle.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à 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 472, *Plastiques — Vocabulaire*

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

ISO 80000-1, *Grandeurs et unités — Partie 1: Généralités*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>

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

matériau d'étalonnage

matériau de capacité thermique massique connue

Note 1 à l'article: Une alumine- α (telle que le saphir synthétique) d'une pureté supérieure ou égale à 99,9 % est généralement utilisée comme matériau d'étalonnage.

3.2

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

Note 1 à l'article: Elle est donnée par la formule suivante:

$$c_p = m^{-1}C_p = m^{-1}(dQ/dT)_p \quad (1)$$

où

m est la masse du matériau;

C_p est la capacité thermique et est exprimée en kilojoules par kilogramme par K ($\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) ou en joules par gramme par K ($\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$); l'indice p indique un processus isobare;

dQ est la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter la température du matériau de dT ;

Note 2 à l'article: Cette formule est valable dans la plage de température dans laquelle un matériau ne présente aucune transition de phase du premier ordre.

$$(dQ/dT) = (dt/dT) \times (dQ/dt) = (\text{vitesse de montée en température})^{-1} \times (\text{flux thermique}) \quad (2)$$

Note 3 à l'article: Une discontinuité de la capacité thermique est observée lors des transitions de phase. Une partie de la chaleur est consommée pour que le matériau atteigne un état de plus haute énergie et n'est pas entièrement utilisée pour augmenter la température. Pour cette raison, la capacité thermique ne peut être déterminée convenablement qu'en dehors des zones de transitions de phase.

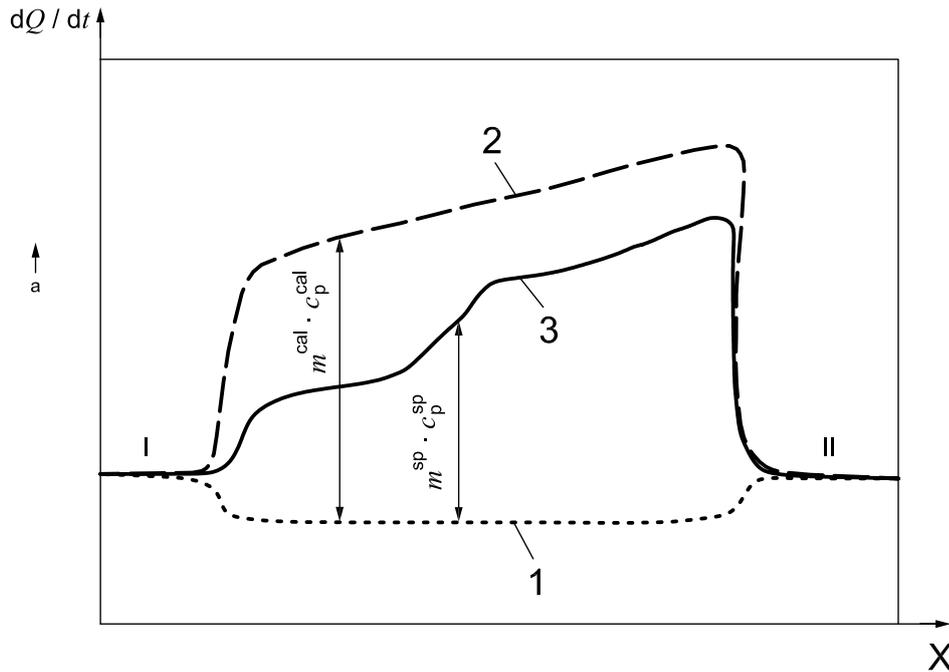
4 Principe

4.1 Généralités

Chaque mesurage consiste en trois cycles réalisés à la même vitesse de balayage (voir [Figure 1](#)):

- a) un cycle à blanc (creusets vides dans les porte-creusets d'échantillon et de référence);
- b) un cycle d'étalonnage (matériau d'étalonnage dans le creuset pour échantillon et creuset de référence vide);
- c) un cycle avec éprouvette (éprouvette dans le creuset pour échantillon et creuset de référence vide).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>



Légende

X température T ou temps t

1 cycle à blanc

2 cycle d'étalonnage

3 cycle de l'éprouvette

I ligne de base isotherme à la température initiale T_s

II ligne de base isotherme à la température finale T_f

a Sens endothermique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-4:2014
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>

Figure 1 — Représentation schématique de courbes DSC types pour la mesure de la capacité thermique massique (cycles à blanc, d'étalonnage et de l'éprouvette) après ajustement de la ligne de base

4.2 Méthode de balayage continu

En se basant sur le principe de la DSC (voir l'ISO 11357-1) et la définition de la capacité thermique massique donnée en 3.2, les relations suivantes peuvent être obtenues:

$$m^{\text{sp}} \cdot c_p^{\text{sp}} \propto P_{\text{cycle de l'éprouvette}} - P_{\text{cycle à blanc}} \quad (3)$$

$$m^{\text{cal}} \cdot c_p^{\text{cal}} \propto P_{\text{cycle d'étalonnage}} - P_{\text{cycle à blanc}} \quad (4)$$

où P est le flux thermique (dQ/dt); les exposants sp et cal représentent respectivement l'éprouvette et le matériau d'étalonnage (voir Figure 1).

Lorsque $P_{\text{cycle de l'éprouvette}}$, $P_{\text{cycle d'étalonnage}}$ et $P_{\text{cycle à blanc}}$ sont mesurés, c_p^{sp} peut être calculé à l'aide de la Formule (6), car les valeurs de c_p^{cal} , m^{sp} et m^{cal} sont connues:

$$\frac{m^{\text{sp}} \cdot c_p^{\text{sp}}}{m^{\text{cal}} \cdot c_p^{\text{cal}}} = \frac{P_{\text{cycle de l'éprouvette}} - P_{\text{cycle à blanc}}}{P_{\text{cycle d'étalonnage}} - P_{\text{cycle à blanc}}} \quad (5)$$

$$c_p^{sp} = c_p^{cal} \cdot \frac{m^{cal} (P_{\text{cycle de l'éprouvette}} - P_{\text{cycle à blanc}})}{m^{sp} (P_{\text{cycle d'étalonnage}} - P_{\text{cycle à blanc}})} \quad (6)$$

4.3 Méthode de balayage par paliers

Dans la méthode de balayage par paliers, la plage totale de température à analyser est divisée en petits intervalles et une détermination complète comprenant les trois cycles mentionnés en 4.1 est réalisée pour chaque intervalle de température. Lors de l'intégration de la courbe de flux thermique, il est possible d'obtenir la chaleur totale ΔQ consommée dans l'intervalle. La capacité thermique massique est obtenue en divisant ΔQ par l'intervalle de température ΔT et la masse de l'éprouvette [voir Formule (1)]:

$$m^{sp} \cdot c_p^{sp} \infty \left(\frac{\Delta Q^{sp}}{\Delta T} \right)_p - \left(\frac{\Delta Q^{blanc}}{\Delta T} \right)_p \quad (7)$$

$$m^{cal} \cdot c_p^{cal} \infty \left(\frac{\Delta Q^{cal}}{\Delta T} \right)_p - \left(\frac{\Delta Q^{blanc}}{\Delta T} \right)_p \quad (8)$$

En maintenant les intervalles de température ΔT constants, la combinaison des Formules (7) et (8) donne:

$$c_p^{sp} = c_p^{cal} \cdot \frac{m^{cal}}{m^{sp}} \cdot \frac{\Delta Q^{sp} - \Delta Q^{blanc}}{\Delta Q^{cal} - \Delta Q^{blanc}} \quad (9)$$

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

5.1 Calorimètre différentiel à balayage. Voir l'ISO 11357-1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c87b0cd-13e0-4ec4-a09f-8f40f299bfa4/iso-11357-4-2014>

5.2 Creusets. Voir l'ISO 11357-1.

Les creusets destinés à contenir l'éprouvette d'essai et l'éprouvette de référence (matériau d'étalonnage) doivent avoir la même forme et être constitués du même matériau et leurs masses ne doivent pas différer de plus de 0,1 mg.

NOTE Les mêmes cycle à blanc et cycle d'étalonnage peuvent être utilisés pour plusieurs mesures si l'instrument est suffisamment stable et si la différence de masse entre le creuset destiné au matériau d'étalonnage et le creuset vide est corrigée. Une correction adéquate peut être obtenue en ajoutant le terme $c_{p,creuset}(T)\beta\Delta m$ au flux thermique du cycle d'étalonnage, où $c_{p,creuset}(T)$ est la capacité thermique massique du creuset d'étalonnage en fonction de la température, β est la vitesse de montée en température et Δm est la différence de masse entre le creuset d'étalonnage et le creuset vide. La même procédure peut également être utilisée pour corriger les différences de masse entre le cycle de l'éprouvette et le cycle à blanc.

5.3 Balance analytique. Voir l'ISO 11357-1.

6 Éprouvette

Voir l'ISO 11357-1.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Voir l'ISO 11357-1.

8 Mode opératoire

8.1 Sélection des creusets

Préparer trois creusets et leurs couvercles et peser ensemble chaque creuset et son couvercle. La masse totale ne doit pas différer de plus de 0,1 mg (voir 5.2). En ce qui concerne les autres aspects, tels que le matériau, les dimensions et le type de creuset (ouvert ou fermé hermétiquement), les creusets doivent être identiques.

8.2 Réglage de l'appareil et ajustement des lignes de base isothermes

8.2.1 Placer une paire de creusets vides avec leur couvercle dans les porte-creusets d'échantillon et de référence de l'appareil DSC.

8.2.2 Lorsqu'un programme de balayage continu est utilisé:

- a) régler les températures initiale et finale (T_s et T_f). Il convient que la température initiale T_s soit inférieure d'au moins 30 K à la température à laquelle les premières données sont requises;

NOTE 1 Lorsque des résultats plus précis sont requis sur une large plage de température, la plage totale peut être divisée en deux (ou plus) plages plus étroites, ayant chacune une étendue de 50 K à 100 K. Il convient que la température initiale T_s de la deuxième plage soit inférieure de 30 K à la température finale T_f de la première plage de température afin d'assurer un recouvrement suffisant.

- b) régler la vitesse de balayage;
- c) régler l'intervalle de temps entre les étapes isothermes I et II (voir Figure 1) et laisser les lignes de base isothermes correspondantes se stabiliser. Cet intervalle sera généralement compris entre 2 min et 10 min.

NOTE 2 Certains calorimètres, par exemple ceux du type Calvet, peuvent nécessiter jusqu'à 30 min avant que la ligne de base ne se stabilise.

8.2.3 Lorsqu'un programme de balayage par paliers est utilisé:

Lorsque les capacités thermiques massiques des échantillons ne dépendent pas de manière significative de la température, il est possible d'utiliser la méthode de balayage par paliers dans laquelle l'intégration du flux thermique sur de petits intervalles de température donne un ensemble de valeurs individuelles de capacité thermique massique pour les intervalles de température considérés. Une attention particulière doit être portée aux points suivants:

- a) l'intervalle de temps entre les étapes isothermes doit être suffisamment long pour obtenir une ligne de base stable;
- b) cette méthode ne doit pas être utilisée sur une plage de température dans laquelle se produisent des transitions de phase du premier ordre.

Le balayage par paliers est réalisé de la manière suivante:

- régler les températures initiale et finale (T_s et T_f);
- régler l'incrément de température, de préférence entre 5 K et 10 K;
- régler la vitesse de balayage en température à 5 K·min⁻¹ ou 10 K·min⁻¹;
- régler l'intervalle de temps entre les étapes isothermes, généralement entre 2 min et 10 min.

8.2.4 Régler la sensibilité du flux thermique afin d'obtenir une étendue d'ordonnées au moins égale à 80 % de la pleine échelle (voir Figure 1).