NORME INTERNATIONALE

ISO 11357-3

Troisième édition
2018-03

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

Numéro de référence
ISO 11357-3:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Tél.: +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 Balayage en température 3
10 Expression des résultats **4**
10.1 Détermination des températures de transition 4
10.2 Détermination des enthalpies 4
11 Fidélité **5**
12 Rapport d'essai **5**
Bibliographie **6**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

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 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11357-3:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Par rapport à la précédente édition, les principales modifications sont les suivantes:

— les références normatives dans l'Article 2 ont été mises à jour;

— la masse de l'échantillon pour essai se réfère à la matrice du polymère;

— le mode opératoire a été étendu afin de couvrir les matériaux ayant une plage de cristallisation plus large;

— le calcul des chaleurs de transition a été clarifié pour inclure des méthodes assistées par ordinateur.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 11357 peut être trouvée sur le site internet de l'ISO.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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*

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp

3.1
fusion
transition entre un état solide entièrement ou partiellement cristallin et un état liquide amorphe de viscosité variable

Note 1 à l'article: La transition, aussi référée comme une «fusion» se caractérise par un pic endothermique 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».

3.2
cristallisation
transition entre un état liquide amorphe et un état solide entièrement ou partiellement cristallin

Note 1 à l'article: 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».

© ISO 2018 – Tous droits réservés

3.3
enthalpie de fusion
chaleur requise pour faire fondre une matière à pression constante

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en kilojoules par kilogramme (kJ/kg) ou en joules par gramme (J/g).

3.4
enthalpie de cristallisation
chaleur dégagée par le processus de cristallisation d'une matière à pression constante

Note 1 à l'article: Elle est exprimée en kilojoules par kilogramme (kJ/kg) ou en joules par gramme (J/g).

4 Principe

Voir l'ISO 11357-1.

5 Appareillage et matériaux

L'appareillage et les matériaux doivent être conformes à l'ISO 11357-1.

6 Éprouvettes

L'éprouvette doit être conforme à l'ISO 11357-1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

8 Étalonnage

L'étalonnage doit être conforme à l'ISO 11357-1.

9 Mode opératoire

9.1 Mise en service de l'appareillage

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

9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset

Le chargement de l'éprouvette doit être conforme à l'ISO 11357-1.

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 chaleurs de transition élevées ou basses, il est possible d'utiliser des masses inférieures ou supérieures à 5 mg à 10 mg, respectivement. Dans le cas des polymères, la masse doit se référer à la matrice du polymère.

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.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

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 entraînent des effets plus importants 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 à une température suffisamment élevée pour effacer tout antécédent thermique du matériau soumis à essai, typiquement 30 K au-dessus de la température finale extrapolée de fusion, $T_{ef,m}$. Des vitesses de montée en température préférées pour le premier cycle de chauffage sont de 10 K/min ou 20 K/min, mais aussi des vitesses de montée plus élevées peuvent être utilisées pour supprimer l'antécédent thermique de l'échantillon au cours du premier cycle de chauffage.

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). 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

9.4.5 Effectuer et enregistrer un cycle de refroidissement, de préférence à 10 K/min ou 20 K/min à une température inférieure d'environ 50 K à la température finale extrapolée de cristallisation, $T_{ef,c}$.

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.

Si les transitions vitreuses sont aussi à évaluer, il convient que le refroidissement soit effectué à une température inférieure de 50 K à la température de transition vitreuse.

9.4.6 Maintenir la température pendant 5 min.

NOTE Il est important de créer un antécédent thermique défini pour évaluer correctement les résultats.

9.4.7 Effectuer et enregistrer un deuxième cycle de chauffage, de préférence à la même vitesse de chauffage que le cycle de refroidissement (voir 9.4.5), à une température supérieure d'environ 30 K à la température finale extrapolée de fusion, $T_{ef,m}$.

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.

En cas de perte de masse significative, une répétition des mesurages effectués sur des éprouvettes ayant subi un séchage plus poussé doit être envisagée.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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, $T_{i,m}$, et la température finale du pic, $T_{f,m}$, 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. Si possible, l'évaluation doit être ensuite divisée entre chaque pic afin d'obtenir l'enthalpie la plus correcte. Des techniques appropriées de séparation des pics peuvent être utilisées et mentionnées dans le rapport d'essai.

Pour la courbe de transition vers la fusion, mesurer et enregistrer la température du pic de fusion, $T_{p,m}$, 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, $T_{ei,c}$;

— la température du pic de cristallisation, $T_{p,c}$.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10.2 Détermination des enthalpies

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

ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97c1f4ab08c/iso-11357-3-2018

La Figure 1 montre la détermination de l'enthalpie de transition en prenant l'exemple du pic fusion. Le même mode opératoire est utilisé pour le pic de cristallisation pointant vers la direction opposée.

Calculer l'enthalpie de fusion, ΔH_f, ou l'enthalpie de cristallisation, ΔH_c, en kilojoules par kilogramme (kJ/kg) ou en joules par gramme (J/g), à l'aide de la Formule (1):

$$\Delta H_f, \Delta H_c = \Delta H_{Cal} \cdot \frac{A \cdot m_{Cal}}{A_{Cal} \cdot m} \tag{1}$$

où

ΔH_f;ΔH_c sont respectivement l'enthalpie de fusion et l'enthalpie de cristallisation de l'éprouvette en kilojoules par kilogramme (kJ/kg) ou en joules par gramme (J/g);

ΔH_{Cal} est l'enthalpie de fusion ou de cristallisation du matériau d'étalonnage en kilojoules par kilogramme (kJ/kg) ou en joules par gramme (J/g);

A est l'aire du pic de l'éprouvette;

A_{Cal} est l'aire du pic du matériau d'étalonnage;

m est la masse de l'éprouvette;

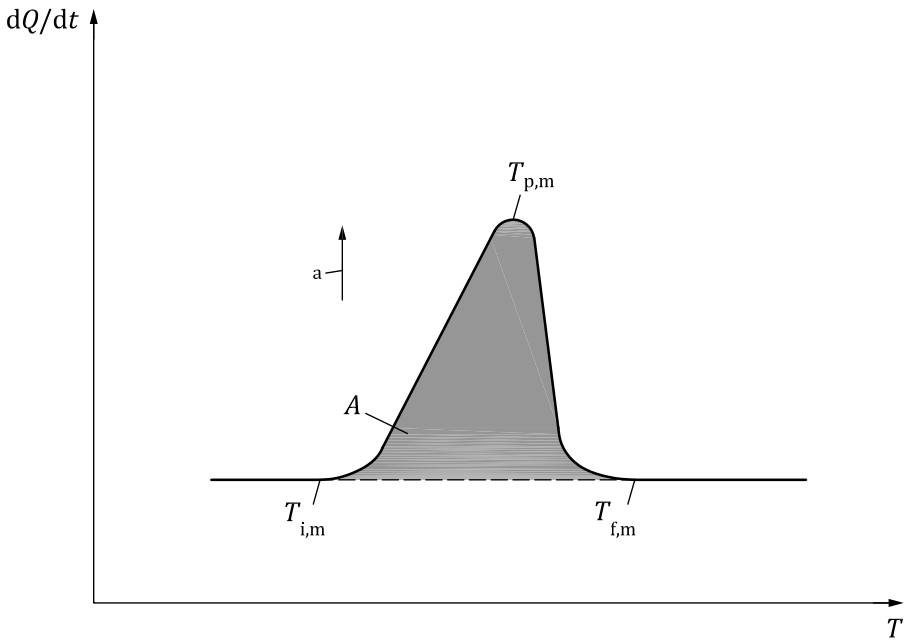
m_{Cal} est la masse du matériau d'étalonnage.

Les unités d'aire et de masse utilisées pour l'étalonnage et le mesurage doivent être les mêmes.

NOTE 1 Le calcul de l'enthalpie peut être facilité en utilisant une analyse assistée par ordinateur.

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

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	$T_{i,m}$	température initiale du pic de fusion
T	température	$T_{p,m}$	température du pic de fusion
A	aire du pic	$T_{f,m}$	température finale du pic de fusion
– – –	ligne de base interpolée		

[a] Direction endothermique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-3:2018
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3a9b373-d43c-4abb-8515-da97cf4ab08c/iso-11357-3-2018

Figure 1 — Détermination de l'enthalpie de transition en prenant l'exemple de la fusion

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 du présent document.

12 Rapport d'essai

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

Ajouter comme résultats d'essai au point m):

— les températures conventionnelles de transition $T_{p,m}$, $T_{i,m}$ et/ou $T_{f,m}$, $T_{p,c}$, $T_{i,c}$ et $T_{f,c}$ et, si nécessaire, $T_{ei,m}$, $T_{ef,m}$ et/ou $T_{ei,c}$, $T_{ef,c}$ correspondant à chaque pic en °C, ainsi que la variation d'enthalpie, ΔH_f et/ou ΔH_c correspondant à chaque pic, en kJ/kg (or J/g), avec une décimale;

— technique de séparation des pics, si applicable.

© ISO 2018 – Tous droits réservés