
**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 PREVIEW
(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/sist/37cadd7c-30d1-4710-r7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-6:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37cadd7c-30d1-4710-a7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018>



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
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).....	3
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.....	4
5.7 Azote.....	4
5.8 Sélecteurs de gaz et régulateurs.....	4
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.....	5
6.4 Éprouvettes provenant de pièces finies.....	5
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	6
9.1 Réglage de l'appareil.....	6
9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset.....	6
9.3 Mise en place des creusets dans l'appareil.....	6
9.4 Débit d'azote, d'air et d'oxygène.....	6
9.5 Ajustement de la sensibilité.....	6
9.6 Réalisation des mesurages.....	6
9.6.1 Temps d'induction à l'oxydation (OIT isotherme).....	6
9.6.2 Température d'induction à l'oxydation (OIT dynamique).....	7
9.7 Nettoyage.....	8
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 (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.

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.

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 11357-6:2008), 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;
- les techniques de contrôle de débit du gaz de purge ont été étendues.

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

Introduction

Le mesurage du temps ou de la température d'induction à l'oxydation, décrit dans le présent document, 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 11357-6:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37cadd7c-30d1-4710-a7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37cadd7c-30d1-4710-a7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-6:2018](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37cadd7c-30d1-4710-a7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018>

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)

1 Domaine d'application

Le présent document 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

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

ISO 17855-2, *Plastiques — Polyéthylène (PE) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

ISO 19069-2, *Plastiques — Polypropylène (PP) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

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 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 1 à l'article: 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 1 à l'article: Elle est exprimée en degrés Celsius (°C).

Note 2 à l'article: La température d'induction à l'oxydation est aussi appelée température de début d'oxydation (OOT).

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.

Les [paragraphe 5.5](#) à [5.8](#) doivent être suivis selon le cas (les [paragraphe 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 $\pm 0,3$ K à la température d'essai pendant la durée de l'essai, habituellement 60 min.

Pour les mesurages de haute précision, une stabilité isotherme de $\pm 0,1$ K 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. Les creusets doivent être 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.

5.4 Débitmètre

Pour l'étalonnage du débit de gaz, un dispositif de mesure du débit comme un rotamètre ou un débitmètre «à film de savon» ou en utilisant une méthode gravimétrique 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.

NOTE Un étalonnage approprié effectué du débit de gaz est aussi acceptable.

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 pureté à 99,99 % 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. La distance entre l'endroit de sélection du gaz et la cellule d'essai de l'appareil doit être maintenue aussi courte que possible, 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.

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

Les éprouvettes en forme de disques doivent être suffisamment petites pour reposer à plat dans le creuset et ne doivent pas être empilés pour augmenter la masse.

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 polyoléfinés comme l'ISO 17855-2 relative au PE, l'ISO 19069-2 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. Un emporte-pièce doit être utilisé de préférence pour découper dans la plaque un disque d'un diamètre sensiblement inférieur au diamètre interne du creuset-échantillon.

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 17855-2 relative au PE, l'ISO 19069-2 relative au PP ou l'ISO 8986-2 relative au PB-1. Un emporte-pièce doit être utilisé de préférence 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». Un microtome doit être utilisé de préférence pour découper des éprouvettes d'une épaisseur constante de $(650 \pm 100) \mu\text{m}$.

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 $(650 \pm 100) \mu\text{m}$.

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37cadd7c-30d1-4710-a7e7-8a416c33b94b/iso-11357-6-2018>

7 Conditions d'essai et conditionnement de l'éprouvette

Voir l'ISO 11357-1.

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. 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 K/min, 145 °C à 165 °C à 1 K/min;

Étain: température ambiante à 220 °C à 10 K/min, 220 °C à 240 °C à 1 K/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, en utilisant de l'azote ou de l'air comme gaz de purge.