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

Partie 2:

**Détermination de la température 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 step height

ISO 11357-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8db69a8-63f8-4bcf-afad-e38c672eec78/iso-11357-2-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-2:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8db69a8-63f8-4bcf-afad-e38c672eec78/iso-11357-2-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8db69a8-63f8-4bcf-afad-e38c672eec78/iso-11357-2-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, Genève
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 Mesurage par balayage des températures	2
10 Expression des résultats	4
10.1 Détermination des températures de transition vitreuse	4
10.1.1 Généralités	4
10.1.2 Méthode d'égalité des surfaces	4
10.1.3 Méthode de la hauteur de demi-palier	6
10.1.4 Méthode du point d'inflexion	8
10.2 Détermination de la hauteur de palier de transition vitreuse	8
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	8
Bibliographie	9

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/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11357-2:2013), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- révision de la définition de la hauteur de palier de transition vitreuse;
- correction de l'unité de la hauteur de palier de transition vitreuse;
- évaluation des méthodes de détermination de T_g ;
- révision de l'arrondi de T_g ;
- forte restriction de la réutilisation des creusets.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 11357 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 2:

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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 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*

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:

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

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

3.1

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.

3.2

hauteur de palier de transition vitreuse

$\Delta c_p(T_g)$

différence de capacité thermique massique au niveau des lignes de base supérieure et inférieure extrapolées 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 enregistrée 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 doivent être tels que spécifiés dans l'ISO 11357-1.

6 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent être telles que spécifiées dans l'ISO 11357-1.

7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

Les conditions d'essai et le conditionnement des éprouvettes doivent être tels que spécifiés dans l'ISO 11357-1.

8 Étalonnage

L'étalonnage doit être tel que spécifié dans l'ISO 11357-1.

9 Mode opératoire

9.1 Mise en service de l'appareillage

Le mode opératoire de mise en service de l'appareillage doit être tel que 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 doit être tel que 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 partiellement 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 doit être tel que 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 avant de démarrer le cycle de chauffage.

9.4.2 Procéder à un cycle thermique préliminaire à une vitesse de balayage recommandée de 20 K/min, en portant le creuset à une température suffisamment élevée pour effacer tout antécédent thermique des matériaux soumis à essai, et enregistrer les résultats correspondants.

Si la température de chargement est suffisamment élevée au-dessus de la température de transition vitreuse, le chauffage préliminaire peut être supprimé et le balayage de la température se poursuit suivant [9.4.3](#).

Les mesures par analyse calorimétrique différentielle (DSC) 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'échantillon.

9.4.4 Refroidir à 50 °C environ en dessous de la température prévue de transition vitreuse en utilisant une vitesse de balayage recommandée 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 recommandée de 20 K/min, à une température supérieure d'environ 30 K à la température finale extrapolée de transition vitreuse ($T_{ef,g}$) et enregistrer les résultats.

Si les transitions de fusion doivent également être évaluées, le chauffage doit être effectué jusqu'à 30 K au-dessus de la température de fusion finale extrapolée.

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.

NOTE Habituellement, une vitesse de balayage de 20 K/min est appliquée, ce qui donne généralement le meilleur compromis entre la précision sur la température de transition vitreuse et une hauteur de palier de transition vitreuse suffisamment élevée.

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.

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

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 renouveler l'essai en choisissant une température maximale inférieure.

Il est conseillé d'utiliser des creusets neufs pour chaque nouvelle éprouvette. La réutilisation des creusets doit être limitée à des cas exceptionnels et elle doit être mentionnée dans le rapport d'essai avec sa justification.

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, elles 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 de [10.1.2](#) à [10.1.4](#).

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

La méthode d'égalité des surfaces (voir [10.1.2](#)) doit de préférence être utilisée pour la détermination de T_g . La méthode de la hauteur de demi-palier (voir [10.1.3](#)) et la méthode du point d'inflexion (voir [10.1.4](#)) peuvent conduire à des écarts significatifs de T_g pour les profils de palier de transition vitreuse asymétriques, en particulier pour les échantillons montrant des relaxations d'enthalpie (voir [Figure 1](#)).

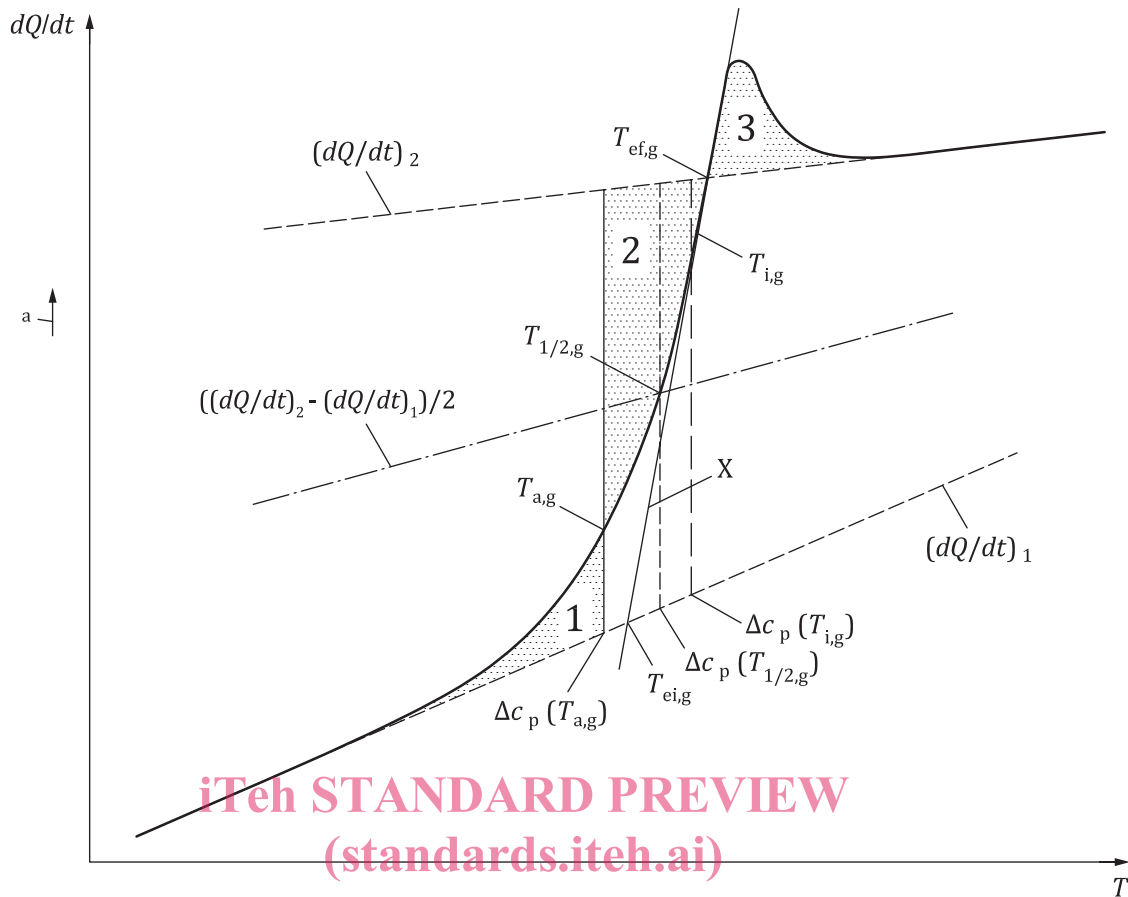
10.1.2 Méthode d'égalité des surfaces

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 $1 + 3 = 2$ pour les échantillons montrant des relaxations d'enthalpie (voir [Figure 1](#)) ou $1 = 2$ pour les échantillons sans relaxation d'enthalpie (voir [Figure 2](#))^[8].

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-2:2020](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8db69a8-63f8-4bcf-afad-e38c672eec78/iso-11357-2-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

dQ/dt	flux thermique	$T_{ef,g}$	température finale extrapolée de transition vitreuse
T	température	$T_{a,g}$	T_g mesurée par la méthode d'égalité des surfaces (10.1.2)
1, 2, 3	surfaces entre le tracé DSC et les lignes de base (voir 10.1.2)	$T_{1/2,g}$	T_g mesurée par la méthode de la hauteur de demi-palier (10.1.3)
$(dQ/dt)_1$	flux thermique extrapolé sous T_g	$T_{i,g}$	T_g mesurée par la méthode du point d'inflexion (10.1.4)
$(dQ/dt)_2$	flux thermique extrapolé au-dessus de T_g	$\Delta c_p(T_{a,g})$	hauteur de palier de transition vitreuse mesurée par la méthode d'égalité des surfaces (10.1.2)
$\frac{(dQ/dt)_2 - (dQ/dt)_1}{2}$	ligne équidistante entre les flux thermiques extrapolés au-dessus et en dessous de T_g	$\Delta c_p(T_{1/2,g})$	hauteur de palier de transition vitreuse mesurée par la méthode de la hauteur de demi-palier (10.1.2)
X	ligne de plus grande pente	$\Delta c_p(T_{i,g})$	hauteur de palier de transition vitreuse mesurée par la méthode du point d'inflexion (10.1.2)
a	Direction endothermique.		

Figure 1 — Exemple de détermination de la température conventionnelle de transition vitreuse pour un échantillon avec relaxation d'enthalpie