

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
11357-8

ISO/TC 61/SC 5

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2020-10-29

Vote clos le:
2020-12-24

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 8: Détermination de la conductivité thermique

iTeh STANDARD PREVIEW
*Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —
Part 8: Determination of thermal conductivity*
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 11357-8](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 11357-8:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11357-8

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>



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
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	1
5 Appareillage et substances	2
5.1 Instrument DSC.....	2
5.2 Creusets.....	2
5.3 Substance de fusion.....	2
5.4 Vernis protecteur.....	3
5.5 Dispositif de mesure de la longueur.....	3
6 Éprouvettes	3
6.1 Géométrie.....	3
6.2 Nombre d'éprouvettes et échantillonnage.....	3
7 Conditionnement	4
8 Étalonnage	4
9 Mode opératoire de mesure	4
9.1 Préparation des creusets.....	4
9.2 Utilisation de substances de contact thermique.....	4
9.3 Mesurage de la substance de fusion.....	5
9.3.1 Mise en place des creusets dans le support d'échantillon.....	5
9.3.2 Répartition de la substance de fusion dans le fond du creuset.....	5
9.3.3 Mesurage de la pente de la courbe de fusion sans l'éprouvette.....	5
9.3.4 Insertion de l'éprouvette.....	6
9.3.5 Mesurage de la pente de la courbe de fusion avec l'éprouvette.....	6
9.4 Évaluation de la pente des pics de la substance de fusion.....	6
10 Calcul de la conductivité thermique	7
11 Durée de vie en service des creusets en cas d'utilisation de gallium comme substance de fusion	8
12 Fidélité et biais	8
13 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Détermination interlaboratoires de la conductivité thermique mesurée par DSC	10
Bibliographie	16

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 Européen de Normalisation (CEN), comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 11357 est disponible 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.

Introduction

L'utilisation de l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) pour mesurer la conductivité thermique des plastiques présente l'avantage de pouvoir utiliser le même instrument pour obtenir la capacité thermique massique. Cela permet de déterminer la diffusivité thermique en divisant la conductivité thermique par la masse volumique et la capacité thermique massique.

De plus, les instruments DSC sont largement utilisés et sont disponibles dans pratiquement tous les instituts et laboratoires d'essais. Les mesurages de la conductivité thermique peuvent donc être effectués sans avoir à se procurer un instrument supplémentaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 11357-8](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 11357-8

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 8:

Détermination de la conductivité thermique

1 Domaine d'application

Le présent document établit une méthode pour la détermination de la conductivité thermique des plastiques solides chargés et non chargés ou renforcés de fibres et des composites par analyse calorimétrique différentielle (DSC).

Il est applicable aux matériaux avec des conductivités thermiques allant jusqu'à 1 W/(m·K).

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 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 6344-1, *Abrasifs appliqués — Granulométrie — Partie 1: Contrôle de la distribution granulométrique*

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 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/>

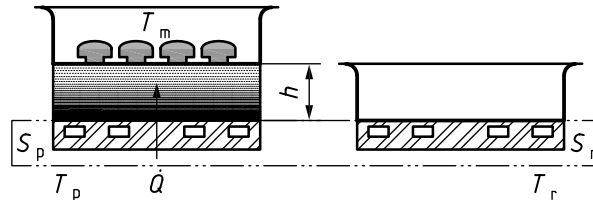
4 Principe

Pour la détermination de la conductivité thermique, l'emplacement habituel de l'éprouvette dans le support d'échantillon est modifié selon un mode opératoire proposé aux références [1] et [2]. Les références [3] et [4] permettent d'obtenir des informations supplémentaires sur le contexte scientifique, la déduction des résultats et la performance des mesurages.

Un creuset vide est placé dans la position de référence dans le support d'échantillon. L'éprouvette est placée directement sur le détecteur de position d'échantillon et un creuset contenant une substance ayant une température de fusion connue est placé au-dessus de l'éprouvette (voir la [Figure 1](#)). La conductivité thermique est mesurée à une température légèrement supérieure au point de fusion de cette substance dans la plage de températures étroite dans laquelle la pente du pic de fusion avec l'éprouvette est déterminée (voir [9.4](#), [Figure 2](#)).

Lors du chauffage, un gradient de température est créé dans l'éprouvette. La température au sommet de l'éprouvette reste constante à la température de fusion T_m de la substance de fusion tandis que la température dans le fond de l'éprouvette correspond à la température du détecteur dans la partie inférieure de l'échantillon. Le flux thermique différentiel entre l'échantillon et le détecteur de référence est mesuré par l'instrument DSC.

La conductivité thermique de l'éprouvette est déterminée à partir de la différence de température entre le sommet et le fond de l'échantillon ($T_m - T_p$), de la hauteur de l'échantillon h et de la différence de flux thermique \dot{Q} entre l'échantillon et le détecteur de référence.



Légende

- h hauteur de l'éprouvette
- \dot{Q} différence de flux thermique entre l'échantillon et la position de référence
- S_p détecteur de la position de l'échantillon
- S_r détecteur de la position de référence
- T_m température de fusion d'une substance connue et température au sommet de l'éprouvette
- T_p température à la position de l'échantillon et dans la partie inférieure de l'éprouvette
- T_r température à la position de référence

Figure 1 — Représentation schématique du mesurage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>

5 Appareillage et substances

5.1 Instrument DSC

Un instrument DSC conforme aux spécifications données dans l'ISO 11357-1 doit être utilisé.

Seules les données brutes d'origine doivent être utilisées, sans aucun traitement supplémentaire.

NOTE En ce qui concerne les résultats actuellement disponibles, la méthode a uniquement été vérifiée avec des instruments DSC de type à flux thermique. Toutefois, les instruments DSC à compensation de puissance devraient également convenir.

5.2 Creusets

Des creusets en aluminium adaptés à l'instrument DSC doivent être utilisés. Les creusets ouverts ou fermés et ventilés conviennent. Lors de l'utilisation de creusets étanches, des précautions particulières doivent être prises pour éviter toute pression excessive à l'intérieur.

Il faut veiller à éviter que le fond plat du creuset se déforme.

NOTE Les fonds de creusets irréguliers peuvent conduire à des valeurs de conductivité thermique trop faibles.

5.3 Substance de fusion

Des substances de fusion certifiées ou des substances de fusion ayant une pureté de 99,999 9 % ou plus doivent être utilisées.

La température de fusion détermine la température de mesurage de la conductivité thermique.

Les températures de fusion des éprouvettes à mesurer doivent être supérieures à celles des substances de fusion à utiliser. En cas de doute, ceci doit être contrôlé en réalisant des essais préliminaires adaptés.

NOTE Les métaux, tels que le gallium ou l'indium, ont été jugés adaptés.

5.4 Vernis protecteur

Si les métaux utilisés comme substances de fusion peuvent réagir avec le matériau du creuset, des vernis protecteurs peuvent être appliqués pour revêtir la surface intérieure du creuset et empêcher la formation d'alliages avec les creusets en aluminium.

NOTE 1 Le gallium, par exemple, est connu pour former des alliages avec l'aluminium.

Le revêtement protecteur doit être thermiquement stable dans la plage de températures de mesure et il doit être appliqué en continu sur la surface intérieure du creuset à une épaisseur constante de 30 μm au maximum.

Le creuset contenant la substance de fusion et le creuset de référence doivent tous deux être revêtus exactement de la même manière.

NOTE 2 Le vernis nitro ou l'encre de marqueur indélébile sont des exemples de produits appropriés pour les vernis protecteurs.

5.5 Dispositif de mesure de la longueur

Dispositif approprié pour mesurer le diamètre avec une exactitude d'au moins $\pm 20 \mu\text{m}$ et la hauteur de l'éprouvette avec une exactitude d'au moins $\pm 10 \mu\text{m}$.

[ISO/FDIS 11357-8](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8)

6 Éprouvettes

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37209793-9e56-44b7-8271-68afdbcac4d7/iso-fdis-11357-8>

6.1 Géométrie

Des éprouvettes cylindriques doivent être utilisées.

Le diamètre doit être mesuré avec une exactitude d'au moins $\pm 20 \mu\text{m}$ et il ne doit pas s'écarter du diamètre du fond du creuset de plus de 0,1 mm. La hauteur doit être mesurée avec une exactitude d'au moins $\pm 10 \mu\text{m}$ et elle doit être située dans la plage de 0,5 mm à 2,0 mm.

Pour assurer le meilleur contact thermique possible avec le détecteur et le creuset, les éprouvettes doivent être exemptes d'entailles et de bavures et doivent avoir des surfaces supérieure et inférieure planes et parallèles. Meuler les surfaces supérieure et inférieure avec du papier abrasif ultrafin d'une taille de grain égale à P800 conformément à l'échelle ISO/FEPA spécifiée dans l'ISO 6344-1, ou meilleure.

NOTE Une plus grande rugosité de surface peut conduire à un moins bon contact thermique et à des valeurs de conductivité thermique plus basses.

6.2 Nombre d'éprouvettes et échantillonnage

Au moins cinq éprouvettes doivent être mesurées et les résultats moyennés.

Pour des matériaux chargés et non chargés homogènes, aucun mode opératoire particulier n'est requis pour l'échantillonnage.

Pour les stratifiés et composites renforcés de fibres, les éprouvettes doivent être prélevées à au moins 10 mm des bords de la plaque. Les éprouvettes doivent être prélevées à plusieurs endroits de la plaque répartis de manière homogène, à l'exclusion des zones défectueuses.

En fonction de la préparation de l'échantillon et pour les échantillons avec des renforts anisotropes, la conductivité thermique peut dépendre de l'orientation de l'échantillon. Dans ce cas, il convient de noter l'orientation de l'échantillon.

7 Conditionnement

Avant le mesurage, les éprouvettes doivent être conditionnées pendant au minimum 2 h conformément à l'ISO 291.

Les matériaux sensibles à l'humidité doivent être séchés, de préférence conformément aux normes de matériaux pertinentes. Autrement, les conditions de séchage doivent faire l'objet d'un accord entre les parties concernées.

8 Étalonnage

L'étalonnage de l'instrument DSC en ce qui concerne la température et la chaleur doit être effectué conformément à l'ISO 11357-1.

9 Mode opératoire de mesure

9.1 Préparation des creusets

Deux creusets identiques, dont la différence de masse ne dépasse pas 0,1 mg, doivent être sélectionnés.

En cas d'utilisation comme substances de fusion de matériaux pouvant réagir avec les creusets et former des alliages, par exemple pour le gallium, la surface intérieure du creuset doit être revêtue d'un vernis protecteur conformément à 5.4.

L'un des creusets reste vide et sert de référence. L'autre creuset est rempli avec la substance de fusion conformément à 5.3.

La substance de fusion doit être placée au centre du creuset. Il convient de préférence que la substance de fusion recouvre complètement le fond du creuset.

NOTE Dans le cas du gallium, un échantillon pesant 60 mg à 65 mg environ a été jugé approprié.

9.2 Utilisation de substances de contact thermique

Il convient de préférence de ne pas utiliser de substances de contact thermique avec des éprouvettes ayant des surfaces supérieure et inférieure lisses, car cela peut augmenter l'écart-type des valeurs de conductivité thermique mesurées et il peut rester des résidus sur les détecteurs, qui peuvent fausser les mesurages ultérieurs s'ils ne sont pas complètement éliminés.

Pour les éprouvettes avec des surfaces très rugueuses, comme par exemple les composites ou stratifiés renforcés de fibres, des substances de contact thermique peuvent exceptionnellement être utilisées sur les surfaces supérieure et inférieure des éprouvettes. Dans ce cas, la même substance de contact thermique doit également être utilisée sur le creuset de référence.

Si nécessaire, de fines couches d'huile synthétique doivent être utilisées pour faciliter le contact thermique. Il faut utiliser uniquement une huile qui peut être éliminée sans laisser de résidus lors du chauffage des détecteurs DSC à une température de 500 °C.

Il convient de vérifier l'aptitude à l'emploi de l'huile auprès du fournisseur ou de la déterminer en réalisant des essais, par exemple basés sur la thermogravimétrie.

9.3 Mesurage de la substance de fusion

9.3.1 Mise en place des creusets dans le support d'échantillon

Le creuset vide conforme à 9.1 doit être placé dans la position de référence et le creuset rempli de substance de fusion conforme à 9.1 doit être placé dans la position d'échantillon sans l'éprouvette. L'introduction des creusets doit se faire à température ambiante. Le support d'échantillon doit être fermé et purgé avec du gaz inerte conformément à l'ISO 11357-1 pour empêcher l'oxydation de la substance de fusion.

9.3.2 Répartition de la substance de fusion dans le fond du creuset

Pour une meilleure répartition de la substance de fusion dans le fond du creuset, le programme de températures suivant doit être appliqué:

- a) Porter le support d'échantillon à une température de 10 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 10 K/min.
- b) Chauffer à une température de 20 K au-dessus du point de fusion à une cadence de balayage de 2 K/min.
- c) Maintenir cette température pendant 10 min pour garantir une fusion complète.
- d) Refroidir à une température de 30 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 5 K/min pour garantir une cristallisation complète.
- e) Porter le support d'échantillon à la température ambiante pour le retrait des creusets.

9.3.3 Mesurage de la pente de la courbe de fusion sans l'éprouvette

Ensuite, pour l'évaluation de la pente ascendante du pic de fusion de la substance de fusion, le programme de températures suivant doit être appliqué:

- a) Porter le support d'échantillon à une température de 30 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 10 K/min.
- b) Maintenir cette température pendant 5 min.
- c) Chauffer à une température de 10 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 10 K/min.
- d) Chauffer à une température de 4 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 5 K/min.
- e) Maintenir cette température pendant 2 min.
- f) Chauffer à une température de 10 K au-dessus du point de fusion à une cadence de balayage de 0,5 K/min.
- g) Refroidir à une température de 30 K en dessous du point de fusion à une cadence de balayage de 5 K/min.
- h) Porter le support d'échantillon à la température ambiante pour l'insertion des éprouvettes.

L'étape e) en 9.3.2 et les étapes a) et b) en 9.3.3 peuvent être omises si le mesurage de la pente de la courbe de fusion sans l'éprouvette est effectué immédiatement après la répartition de la substance de fusion dans le fond du creuset.