NORME INTERNATIONALE

ISO 11357-4

Troisième édition
2021-02

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 4: Détermination de la capacité thermique massique

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 4: Determination of specific heat capacity

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

Numéro de référence
ISO 11357-4:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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**

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 **5**

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][4] **10**

Bibliographie **12**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802a-6d0641ae-0d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

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 www.iso.org/avant-propos.

ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/031fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19379007/iso-11357-4-2021

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 11357-4:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

— le mode opératoire de mesure a été mis à jour ;

— les données de référence de l'alumine-α ont été mises à jour.

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.

 © ISO 2021 – Tous droits réservés

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 4: Détermination de la capacité thermique massique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes de détermination de la capacité thermique massique des plastiques par analyse calorimétrique différentielle.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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*

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 472, 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
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 pression constante

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

$$c_p = m^{-1} \cdot C_p = m^{-1} \cdot \left(\frac{dQ}{dT} \right)_p$$

où

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

m est la masse de matériau, exprimée en kilogrammes (kg) ou en grammes (g) ;

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

$\left(\frac{dQ}{dT}\right)_p$ est la quantité de chaleur dQ nécessaire pour augmenter la température du matériau de dT, exprimée en kilojoules par K ($kJ \cdot K^{-1}$) ou en joules par K ($J \cdot K^{-1}$), mesurée à pression constante.

Cette formule est valable dans la plage de température dans laquelle un matériau ne présente aucune transition de phase du premier ordre.Le quotient $\left(\frac{dQ}{dT}\right)$ peut être obtenu en divisant le flux thermique par la vitesse de montée en température:

$$(dQ/dT) = \frac{(dQ/dt)}{(dT/dt)}$$

où

(dQ/dt) est flux thermique, exprimé en kilojoules par seconde ($kJ \cdot s^{-1}$) ou en joules par seconde ($J \cdot s^{-1}$) ou en watts (W) ;

(dT/dt) est la vitesse de montée en température, exprimée en kelvins (K) par seconde (s) ($K \cdot s^{-1}$).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Note 2 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.

ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

4 Principe

4.1 Généralités

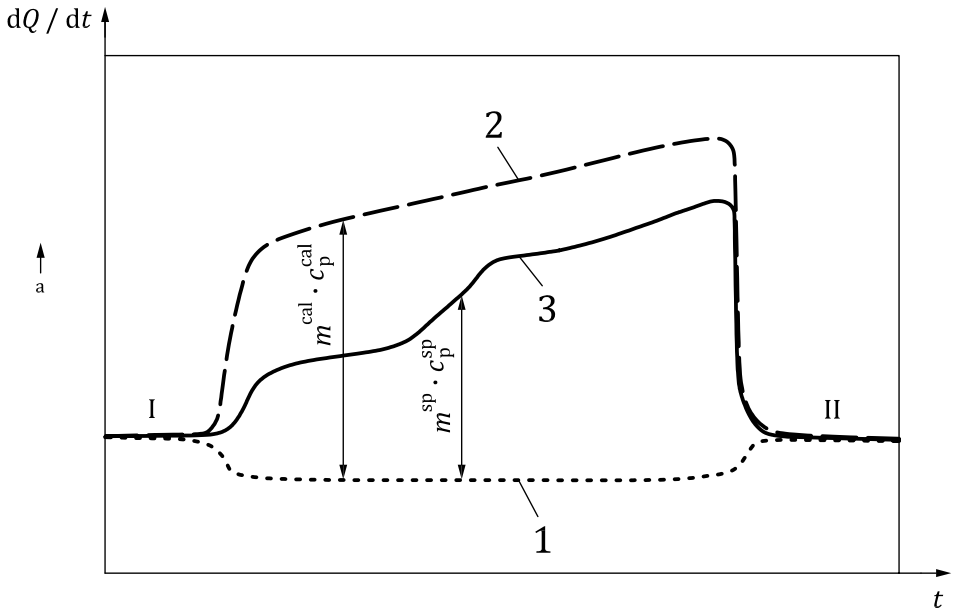
Chaque mesure consiste en trois cycles réalisés à la même vitesse de balayage (voir la Figure 1) :

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 de l'éprouvette (éprouvette dans le creuset pour échantillon et creuset de référence vide).

 © ISO 2021 – Tous droits réservés



Légende

dQ/dt	flux thermique
t	temps
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 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

Figure 1 — Représentation schématique de courbes DSC types pour le mesurage 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 à pression constante donnée en 3.2, les relations suivantes, Formules (1) et (2), peuvent être obtenues :

$$m^{sp} \cdot c_p^{sp} \propto P_{sp} - P_{bl} \tag{1}$$

$$m^{cal} \cdot c_p^{cal} \propto P_{cal} - P_{bl} \tag{2}$$

où

P est le flux thermique (dQ/dt) ;

sp est l'éprouvette ;

bl est un creuset vide (cycle à blanc) ;

cal est le matériau d'étalonnage.

Voir la Figure 1.

Lorsque P_{sp}, P_{cal} et P_{bl} sont mesurés, c_p^{sp} peut être calculé à l'aide de la Formule (4), car les valeurs de c_p^{cal}, m^{sp} et m^{cal} sont connues:

$$\frac{m^{sp} \cdot c_p^{sp}}{m^{cal} \cdot c_p^{cal}} = \frac{P_{sp} - P_{bl}}{P_{cal} - P_{bl}} \tag{3}$$

$$c_p^{sp} = c_p^{cal} \cdot \frac{m^{cal}\left(P_{sp} - P_{bl}\right)}{m^{sp}\left(P_{cal} - P_{bl}\right)} \tag{4}$$

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 3.2) :

$$m^{sp} \cdot c_p^{sp} \propto \left(\frac{\Delta Q^{sp}}{\Delta T}\right)_p - \left(\frac{\Delta Q^{bl}}{\Delta T}\right)_p \tag{5}$$

$$m^{cal} \cdot c_p^{cal} \propto \left(\frac{\Delta Q^{cal}}{\Delta T}\right)_p - \left(\frac{\Delta Q^{bl}}{\Delta T}\right)_p \tag{6}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

En maintenant les intervalles de température ΔT constants, la combinaison de la Formule (5) et de la Formule (6) donne :

ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

$$c_p^{sp} = c_p^{cal} \cdot \frac{m^{cal}}{m^{sp}} \cdot \frac{\Delta Q^{sp} - \Delta Q^{bl}}{\Delta Q^{cal} - \Delta Q^{bl}} \tag{7}$$

5 Appareillage

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

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. Le même mode opératoire peut également être utilisé 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.

 © ISO 2021 – Tous droits réservés

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.

NOTE Il est également possible d'utiliser le même creuset dans le porte-creuset d'échantillon à la fois pour le cycle à blanc, le cycle d'étalonnage et le cycle d'éprouvette si le couvercle est simplement posé sur le creuset pour le cycle à blanc et le cycle d'étalonnage. Pour le cycle de l'échantillon, le creuset peut être scellé hermétiquement.

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 :

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05fc0020-0d0f-41dc-9d28-9d4a695750f7/iso-11357-4-2021

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.

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 le temps de séjour des étapes isothermes I et II (voir la Figure 1) et laisser les lignes de base isothermes correspondantes se stabiliser. Ce temps de séjour sera généralement compris entre 2 min et 10 min.

NOTE 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) Le temps de séjour des 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 à 5 K ou 10 K.

— Régler la vitesse de balayage en température à 5 K·min^{-1} ou 10 K·min^{-1}.

— Régler le temps de séjour des 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 la Figure 1).

8.2.5 Régler l'appareil de telle sorte que les lignes de base isothermes avant et après l'étape de chauffage se situent au même niveau d'ordonnée.

Vérifier que l'ajustement des lignes de base des courbes DSC respectives aboutit au même niveau d'ordonnée. Si la reproductibilité des lignes de base est médiocre, régler à nouveau l'appareil et répéter la détermination.

NOTE Une reproductibilité médiocre des lignes de base peut également être causée par une contamination du creuset d'échantillon, la position du couvercle, la stabilité du débit de gaz de purge, la décomposition de l'échantillon, l'évaporation de l'échantillon, une réaction chimique entre le creuset et l'échantillon, etc.

8.2.6 Exécuter le programme de températures déterminé comme décrit en 8.2.2 ou 8.2.3. La Figure 2 montre une courbe DSC type obtenue en mode de balayage continu alors que la Figure 3 montre une courbe DSC obtenue en mode de balayage par paliers.

8.3 Mesurage de la capacité thermique massique du matériau d'étalonnage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

À l'aide d'une balance analytique, peser un matériau d'étalonnage, tel que l'alumine-α (saphir synthétique) d'une pureté supérieure ou égale à 99,9 %, dans l'un des creusets préparés en 8.1. Placer le creuset contenant le matériau d'étalonnage, muni de son couvercle, dans le porte-creuset et réaliser la (les) même(s) mesure(s) que celles décrites pour le(s) cycle(s) à blanc en 8.2.

ISO 11357-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/051fc802c-6d06-41ac-9d28-9d4a19375007/iso-11357-4-2021

NOTE Les petits écarts de masse entre les creusets utilisés pour les cycles de l'éprouvette, d'étalonnage et à blanc peuvent être corrigés comme indiqué dans la Note en 5.2.

Il convient que la capacité thermique massique du matériau d'étalonnage corresponde aussi étroitement que possible à celle de l'éprouvette à analyser afin de réduire au minimum les erreurs systématiques.

Les valeurs nominales de la capacité thermique massique de l'alumine-α à différentes températures sont indiquées dans le Tableau A.1 de l'Annexe A.

 © ISO 2021 – Tous droits réservés