
**Plastiques — Détermination
du comportement à la fusion
(température de fusion ou plage
de températures de fusion) des
polymères semi-cristallins par
méthodes du tube capillaire et du
microscope polarisant**

Plastics — Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers by capillary tube and polarizing-microscope methods

[ISO 3146:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3146:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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 Méthode A — Tube capillaire	2
4.1 Principe	2
4.2 Appareillage (voir la Figure 1)	2
4.3 Échantillons pour essai	2
4.3.1 Généralités	2
4.3.2 Caractéristiques	3
4.3.3 Conditionnement	3
4.4 Mode opératoire	4
4.4.1 Étalonnage	4
4.4.2 Détermination	5
4.5 Rapport d'essai	5
5 Méthode B — Microscope polarisant	6
5.1 Principe	6
5.2 Appareillage	6
5.3 Échantillons pour essai	6
5.3.1 Échantillons en poudre	6
5.3.2 Échantillons moulés ou en pastilles	7
5.3.3 Échantillons de films ou de feuilles	7
5.3.4 Conditionnement	7
5.4 Mode opératoire	7
5.4.1 Étalonnage	7
5.4.2 Détermination	7
5.5 Fidélité	8
5.6 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 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*, 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3146:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle intègre également le corrigendum technique ISO 3146:2000/Cor 1:2002.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- les spécifications de l'appareillage et du mode opératoire de mesure ont été révisées ;
- le tableau des produits étalons a été révisé en y ajoutant d'autres entrées, les synonymes et les numéros CAS de produits chimiques organiques, en corrigeant les erreurs et en modifiant les températures de fusion en fonction des références ajoutées.

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

Le comportement à la fusion d'un polymère cristallin ou semi-cristallin est une propriété sensible à la structure.

Dans les polymères, il n'y a généralement pas de point de fusion net, tel que celui qui est observé pour les substances de faible masse moléculaire ; à la place, on observe plutôt une plage de température de fusion lors du chauffage, depuis le premier changement de forme des particules solides jusqu'à la transformation en un liquide très visqueux ou viscoélastique, avec disparition de la phase cristalline. La plage de fusion dépend d'un certain nombre de paramètres, tels que la masse moléculaire, la distribution de la masse moléculaire, le pourcentage de cristallinité et les propriétés thermodynamiques.

La plage de fusion peut aussi dépendre de paramètres expérimentaux, tels que les antécédents thermiques de l'éprouvette, la vitesse de chauffe ou de refroidissement, etc. La limite inférieure ou supérieure de la plage de fusion, ou sa valeur moyenne, est parfois appelée par convention « température de fusion ».

Pour les raisons exposées ci-dessus, les températures de fusion peuvent différer de quelques kelvins selon la méthode employée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3146:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022>

Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de températures de fusion) des polymères semi-cristallins par méthodes du tube capillaire et du microscope polarisant

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes d'évaluation du comportement à la fusion des polymères semi-cristallins.

a) Méthode A : Tube capillaire

Cette méthode repose sur l'évaluation des changements de forme du polymère. Elle est applicable à tous les polymères semi-cristallins ainsi qu'à leurs compositions.

NOTE 1 La méthode A peut également être utile pour évaluer le ramollissement des solides non cristallins.

b) Méthode B : Microscope polarisant

Cette méthode repose sur l'évaluation des variations des propriétés optiques du polymère. Elle est applicable aux polymères comportant une phase cristalline biréfringente. Elle peut ne pas convenir pour les compositions de plastiques contenant des pigments et/ou d'autres additifs qui pourraient interférer avec la biréfringence de la zone cristalline polymérique.

NOTE 2 Une autre méthode applicable aux polymères semi-cristallins est décrite dans l'ISO 11357-3.

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

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 472 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1
plage des températures de fusion
plage de température dans laquelle les polymères cristallins ou semi-cristallins perdent leur cristallinité ou leur forme particulière lorsqu'ils sont chauffés

Note 1 à l'article: Les « températures de fusion » déterminées par les méthodes A et B sont spécifiées en 4.1 et 5.1.

4 Méthode A — Tube capillaire

4.1 Principe

Un échantillon pour essai est chauffé à une vitesse contrôlée, et la température de l'échantillon est mesurée au moment du premier changement de forme visible et à nouveau lors de la disparition des dernières traces de la phase cristalline.

La première température correspond à la température de fusion de l'échantillon, alors que la plage comprise entre les deux températures décrit sa plage de fusion.

NOTE La présente méthode peut être employée pour des matériaux non cristallins, conformément aux spécifications appropriées ou suivant un accord convenu entre les parties intéressées.

4.2 Appareillage (voir la Figure 1)

4.2.1 Appareil de fusion, composé des éléments suivants :

- a) bloc métallique cylindrique, évidé à sa partie supérieure de façon à constituer une chambre ;
- b) bouchon métallique, percé d'au moins deux trous, permettant l'introduction d'un thermomètre et d'au moins un tube capillaire, monté sur le bloc métallique ;
- c) système de chauffage du bloc métallique équipé d'un dispositif de contrôle de température approprié ;
- d) quatre fenêtres, en verre résistant à la chaleur, disposées suivant deux axes diamétraux perpendiculaires sur les parois latérales de l'enceinte. Un oculaire destiné à l'observation du tube capillaire est fixé devant l'une de ces fenêtres. Les trois autres fenêtres sont destinées à l'éclairage intérieur de l'enceinte au moyen de lampes.

NOTE D'autres types d'appareils de fusion approuvés peuvent être employés, pourvu qu'ils donnent les mêmes résultats.

4.2.2 Tube capillaire, en verre résistant à la chaleur, fermé à l'une des extrémités.

Il est recommandé d'adopter, de préférence, un diamètre extérieur maximal de 1,8 mm.

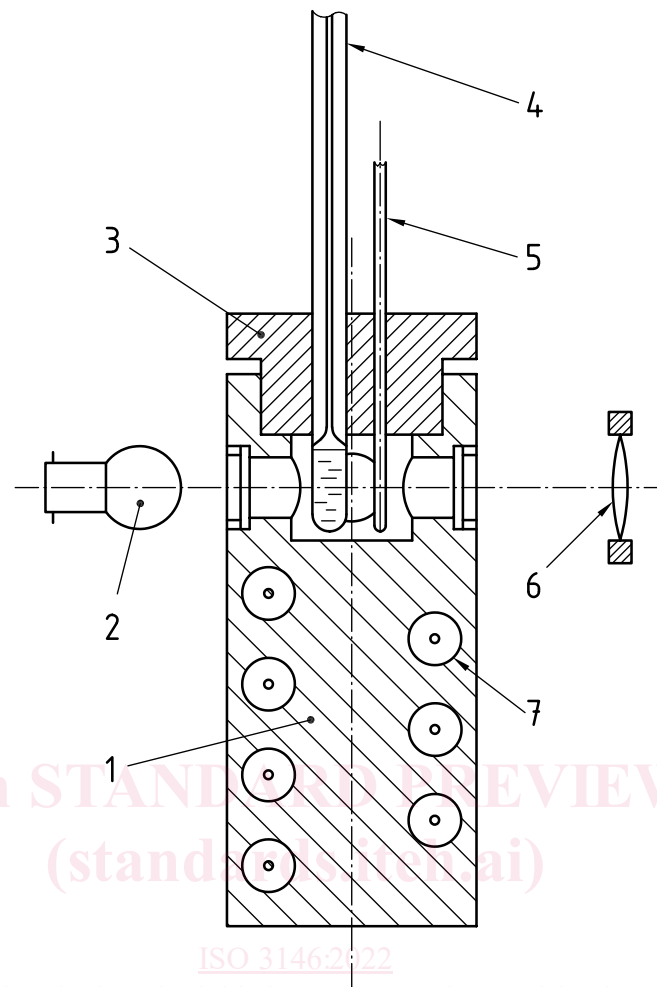
4.2.3 Thermomètre étalonné, avec des graduations de 0,1 °C. Le réservoir du thermomètre doit être positionné de manière à ne pas altérer la dispersion de la chaleur dans l'appareil.

NOTE D'autres dispositifs adaptés au mesurage de la température peuvent être employés.

4.3 Échantillons pour essai

4.3.1 Généralités

Les échantillons pour essai utilisés doivent être représentatifs du matériau à soumettre à l'essai.



ISO 3146:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/230481ca-a7d2-483d-b8ab-0067611925f0/iso-3146-2022>

Légende

- 1 bloc métallique chauffant
- 2 lampe
- 3 bouchon métallique
- 4 thermomètre
- 5 tube capillaire
- 6 oculaire
- 7 résistance électrique

Figure 1 — Appareillage pour la méthode A

4.3.2 Caractéristiques

Il est préférable d'utiliser de la poudre ayant une grosseur de particule inférieure ou égale à 100 μm , ou des morceaux de films d'épaisseur comprise entre 10 μm et 20 μm .

Les essais comparatifs doivent être réalisés sur des échantillons pour essai de grosseur de particule identique ou similaire, ou d'épaisseur similaire dans le cas de couches ou de films.

4.3.3 Conditionnement

Sauf spécification ou accord contraire entre les parties intéressées, l'échantillon pour essai doit être conditionné à (23 ± 2) °C et à une humidité relative de (50 ± 5) % pendant 3 h conformément à l'ISO 291 avant d'effectuer le mesurage.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Étalonnage

Étalonner périodiquement le thermomètre avec des produits chimiques de qualité « réactif » ou certifiés, sur toute la plage de température utilisée pour l'essai.

Les produits chimiques recommandés pour l'étalonnage sont indiqués dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Produits étalons

Produit chimique		Numéro CAS	Température de fusion ^a °C
Nom IUPAC	Synonyme		
Gallium		7440-55-3	29,76 ^[2]
Phényl 2-hydroxybenzoate	Salicylate de phényle	118-55-8	41,79 ^[2]
5-Méthyl-2-(propan-2-yl)cyclohexan-1-ol	L-Menthol (-)-Menthol 5-Méthyl-2-isopropylcyclohexanol, [1R-(1 α ,2 β ,5 α)]-	2216-51-5	43 ^[3]
1-Méthyl-4-nitrobenzène	4-Nitrotoluène	99-99-0	51,61 ^[2]
(E)-Diphényldiazène	trans-Azobenzène	17082-12-1	67,88 ^[3]
1,1'-Biphényle	Biphényle Phénylbenzène	92-52-4	68,93 ^[2]
Quinolin-8-ol 8-Quinolinol	8-Hydroxyquinoline Hydroxybenzopyridine	148-24-3	75,5 ^[3]
Naphthalène Bicyclo[4.4.0]déca-1,3,5,7,9-pentaène		91-20-3	80,23 ^[2]
Diphényléthanedione 1,2-Diphényléthane-1,2-dione	Benzile Dibenzoyl Diphénylglyoxal	134-81-6	94,85 ^[2]
N-Phényléthanamide	Acétanilide (N-Phénylacétamide)	103-84-4	114,34 ^[2]
Acide benzoïque Acide benzèncarboxylique	Carboxybenzène Acide phénylméthanoïque	65-85-0	122,35 ^[2]
N-(4-Éthoxyphényl)acétamide	Phénacétine <i>p</i> -Acétophénétidine	62-44-2	137,5 ^[3]
Acide 2,2-diphénylacétique	Acide diphénylacétique Acide 2,2-diphényléthanoïque	117-34-0	147,19 ^[2]
Acide 1,6-hexanedioïque	Acide adipique Acide butane-1,4-dicarboxylique	124-04-9	152,5 ^[3]
Indium		7440-74-6	156,60 ^[2]
4-Amino benzène sulfonamide	Sulfanilamide	63-74-1	165,5 ^[3]
1,4-Benzène-1,4-diol	Hydroquinone Quinol 1,4-Dihydroxybenzène	123-31-9	172,5 ^[3]
Acide 4-méthoxybenzoïque	Acide <i>p</i> -anisique	100-09-4	183,28 ^[2]
Acide 1,4-butanedioïque	Acide succinique	110-15-6	187,9 ^[3]
2-Chloronthracène-9,10-dione	2-Chloroanthraquinone	131-09-9	209,83 ^[2]