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

**Partie 1:
Principes généraux**

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) —

Part 1: General principles

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-1:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11357-1:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principes de base	8
4.1 Généralités	8
4.2 DSC à flux thermique	8
4.3 DSC à compensation de puissance	8
5 Appareillage et matériaux	9
6 Éprouvette	10
7 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes	11
7.1 Conditions d'essai	11
7.2 Conditionnement des éprouvettes	11
8 Étalonnage	11
8.1 Généralités	11
8.2 Matériaux étalons	12
8.3 Étalonnage en température	13
8.3.1 Généralités	13
8.3.2 Mode opératoire	13
8.3.3 Exactitude de l'étalonnage	14
8.4 Étalonnage en chaleur	14
8.4.1 Généralités	14
8.4.2 Mode opératoire	14
8.4.3 Exactitude de l'étalonnage	15
8.5 Étalonnage en flux thermique	15
8.5.1 Généralités	15
8.5.2 Mode opératoire	15
9 Mode opératoire	17
9.1 Mise en service de l'appareillage	17
9.1.1 Mise sous tension	17
9.1.2 Gaz de purge	17
9.1.3 Conditions expérimentales	17
9.1.4 Détermination de la ligne de base	18
9.2 Chargement de l'éprouvette dans le creuset	18
9.2.1 Généralités	18
9.2.2 Sélection des creusets	18
9.2.3 Pesée du creuset de l'éprouvette	18
9.2.4 Chargement de l'éprouvette	18
9.2.5 Détermination de la masse de l'éprouvette	18
9.3 Mise en place des creusets dans l'appareil	19
9.4 Réalisation des mesurages	19
9.4.1 Généralités	19
9.4.2 Phase de balayage	19
9.4.3 Mode isotherme	20
9.5 Vérification après mesurages	21
9.5.1 Contrôle de la perte de masse	21
9.5.2 Inspection des éprouvettes	21
9.5.3 Contrôle des creusets et du porte-creuset	21
10 Rapport d'essai	21

Annexe A (normative) Étalonnage en température de haute précision, étendu ^[12]	23
Annexe B (normative) Étalonnage en chaleur de haute précision, étendu	25
Annexe C (informative) Matériaux étalons recommandés	27
Annexe D (informative) Interaction entre les matériaux étalons et les différents matériaux des creusets	32
Annexe E (informative) Recommandations générales	34
Bibliographie	36

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-1:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023>

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 11357-1:2016), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- les exemples de matériaux indiqués pour l'étalonnage de la température et de l'enthalpie ont été mis à jour;
- les données sur le saphir à utiliser pour l'étalonnage du flux thermique 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.

Introduction

La série ISO 11357 décrit des méthodes d'essai thermoanalytiques DSC pouvant être utilisées à des fins d'assurance qualité, pour des contrôles de routine de matières premières et de produits finis ou pour la détermination de données comparables nécessaires pour des fiches techniques ou des bases de données. Les modes opératoires mentionnés dans l'ISO 11357 s'appliquent dans la mesure où des normes relatives à des produits ou des normes décrivant des atmosphères spéciales pour le conditionnement d'éprouvettes n'exigent pas d'autres stipulations.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11357-1:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d178ca23-5004-4d42-8af3-2e2621724514/iso-11357-1-2023>

Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) —

Partie 1: Principes généraux

AVERTISSEMENT DE SÉCURITÉ — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer les exigences réglementaires applicables.

1 Domaine d'application

La série ISO 11357 spécifie plusieurs méthodes d'analyse calorimétrique différentielle (DSC) pour l'analyse thermique des polymères et des mélanges de polymères tels que:

- thermoplastiques (polymères, composants pour moulage et autres produits pour moulage avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement),
- thermodurcissables (matériaux non durcis ou durcis, avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement), et
- élastomères (avec ou sans charge(s), fibres ou additifs de renforcement).

La série ISO 11357 s'applique pour l'observation et le mesurage de différentes propriétés ou phénomènes associés des matériaux susmentionnés tels que:

- les transitions physiques (transition vitreuse, transitions de phases telles que la fusion et la cristallisation, les transitions polymorphes, etc.),
- les réactions chimiques (polymérisation, réticulation et durcissement des élastomères et des thermodurcissables, etc.),
- la stabilité à l'oxydation, et
- la capacité thermique.

Le présent document spécifie plusieurs aspects généraux de l'analyse calorimétrique différentielle, tels que le principe et l'appareillage, l'échantillonnage, l'étalonnage et les aspects généraux du mode opératoire et du rapport d'essai communs à toutes les parties.

Les détails relatifs à la réalisation des méthodes spécifiques sont donnés dans les autres parties de la série ISO 11357 (voir l'Avant-propos).

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 80000-5, *Grandeurs et unités — Partie 5: Thermodynamique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 472, l'ISO 80000-5 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 analyse calorimétrique différentielle DSC

technique selon laquelle la différence entre les flux thermiques qui pénètrent dans le creuset de l'éprouvette contenant l'éprouvette et dans le *creuset de référence* (3.3) est déduite en fonction de la température et/ou du temps, l'éprouvette et la référence étant soumises au même programme contrôlé de températures dans une atmosphère spécifiée en utilisant un système de mesurage symétrique

Note 1 à l'article: Il est d'usage d'enregistrer, pour chaque mesurage, une courbe avec la température ou le temps indiqué en abscisse et la différence de *flux thermique* (3.4) indiquée en ordonnée. La direction correspondant aux pics endothermiques et/ou exothermiques est indiquée sur la courbe DSC.

Note 2 à l'article: Conformément aux principes de la thermodynamique, l'énergie absorbée par un système est considérée comme étant positive tandis que l'énergie dégagée est négative. Cette approche implique que la direction endothermique est dirigée vers le haut suivant l'axe des ordonnées et que la direction exothermique est dirigée vers le bas (voir les [Figures 1](#) et [2](#)). Cela présente également l'avantage que la direction des effets thermiques et les valeurs de *flux thermique* (3.4) et de capacité thermique massique sont cohérentes.

3.2 matériau étalon

matériau dont une ou plusieurs propriétés thermiques ont des valeurs suffisamment homogènes et bien connues pour pouvoir être utilisées pour l'étalonnage de l'appareil DSC ou pour l'évaluation d'une méthode de mesurage

3.3 creuset de référence

creuset utilisé sur le côté de référence du montage du porte-creuset symétrique

Note 1 à l'article: Normalement le creuset de référence est vide.

Note 2 à l'article: Dans des cas spéciaux, tels que le mesurage de polymères fortement chargés ou renforcés ou d'éprouvettes ayant une capacité thermique comparable à celle du creuset, un matériau approprié peut être utilisé à l'intérieur du creuset de référence. Les matériaux de référence sont inertes thermiquement sur les plages de température et de temps considérées et ont des capacités thermiques similaires à celle de l'éprouvette. Dans le cas de produits chargés ou renforcés, la charge ou le renforcement seul(e) peut par exemple être utilisé(e).

3.4 flux thermique

quantité de chaleur transmise par unité de temps (dQ/dt)

Note 1 à l'article: Il est exprimé en watts (W) ou en milliwatts (mW).

Note 2 à l'article: La quantité totale de chaleur transmise, Q , correspond à l'intégrale du flux thermique dans le temps:

$$Q = \int \frac{dQ}{dt} dt$$

3.5

variation de chaleur **ΔQ**

quantité de chaleur absorbée (endothermique, ΔQ positive) ou dégagée (exothermique, ΔQ négative) dans une plage de temps, t , ou de température, T , spécifiée par une éprouvette soumise à une variation chimique ou physique et/ou à une variation de température:

$$\Delta Q = \int_{t_1}^{t_2} \frac{dQ}{dt} dt$$

ou

$$\Delta Q = \frac{60}{\beta} \int_{T_1}^{T_2} \frac{dQ}{dt} dT$$

où

ΔQ est exprimée en joules (J) ou comme une quantité spécifique, Δq , exprimée en joules par quantité de matière en grammes ($\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$) ou en joules par quantité de matière en moles ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$);

β est la vitesse de montée en température ou de refroidissement constante, dT/dt , exprimée en kelvins par minute ($\text{K}\cdot\text{min}^{-1}$).

Note 1 à l'article: Si les mesurages sont réalisés à pression constante, ΔQ correspond à la variation d'enthalpie ΔH .

3.6

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 une pression constante:

$$c_p = \frac{1}{m} \times \left(\frac{dQ}{dT} \right)_p$$

ou

$$c_p = \frac{1}{m} \times \frac{60}{\beta} \times \left(\frac{dQ}{dt} \right)_p$$

où

dQ est la quantité de chaleur, exprimée en joules (J), nécessaire pour augmenter la température d'une quantité de matière de masse m , exprimée en grammes (g), par dT kelvins à pression constante;

β est la vitesse de montée en température, exprimée en kelvins par minute ($\text{K}\cdot\text{min}^{-1}$);

c_p est exprimée en joules par gramme par kelvin ($\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$).

Note 1 à l'article: c_p peut également être exprimée en joules par mole par kelvin ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) lorsque la quantité de matériau m est exprimée en moles.

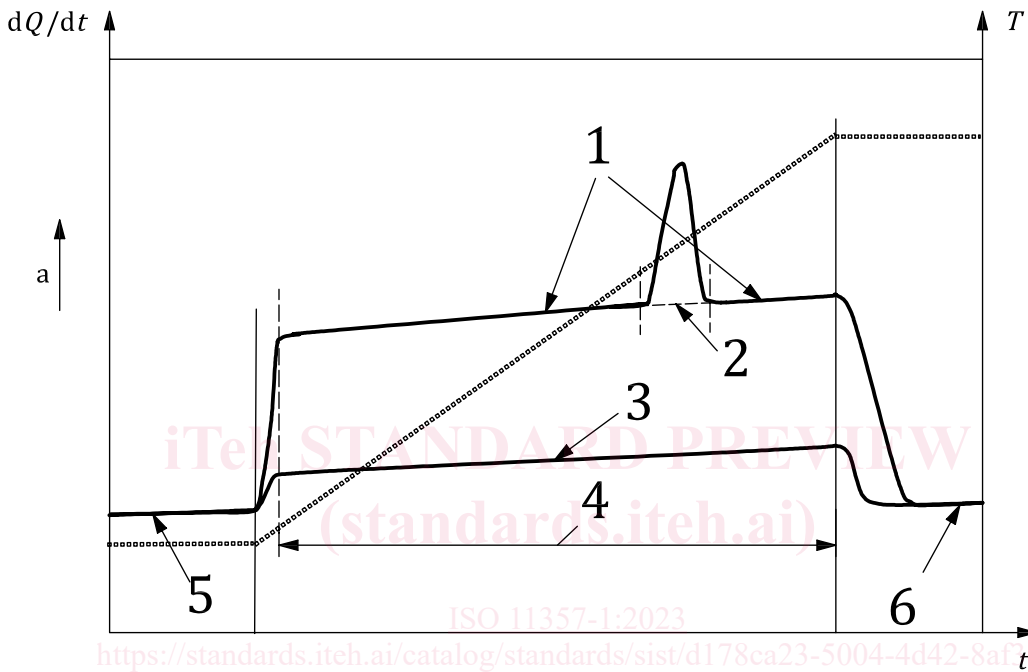
Note 2 à l'article: Lors de l'analyse des polymères, il faut veiller à ce que la capacité thermique massique mesurée ne comprenne pas également une variation de la chaleur qui serait due à une réaction chimique ou à une transition physique.

3.7
ligne de base

partie de la courbe enregistrée sans aucune réaction ni transition

Note 1 à l'article: Il peut s'agir d'une ligne de base isotherme lorsque la température est maintenue constante ou d'une ligne de base dynamique lorsque la température évolue conformément à un programme contrôlé de températures.

Note 2 à l'article: Les lignes de base décrites de 3.7.1 à 3.7.3 se réfèrent à la plage quasi-stationnaire uniquement, c'est-à-dire lorsque l'appareil fonctionne dans des conditions stables peu après le début et peu avant la fin du cycle DSC (voir la Figure 1).



Légende

dQ/dt	flux thermique	2	ligne de base virtuelle
T	température	3	ligne de base de l'appareil
t	temps	4	plage quasi-stationnaire
—	dQ/dt par rapport à t	5	ligne de base initiale isotherme
.....	T par rapport à t	6	ligne de base finale isotherme
1	lignes de base de l'éprouvette	a	Direction endothermique.

Figure 1 — Dessin schématique des lignes de base

3.7.1
ligne de base de l'appareil

courbe obtenue en utilisant uniquement des creusets vides, de masse et de matériau identiques, dans les positions de l'éprouvette et de la référence de la cellule de DSC

Note 1 à l'article: La ligne de base de l'appareil est nécessaire pour les mesurages de la capacité thermique.

3.7.2
ligne de base de l'éprouvette

courbe DSC obtenue en dehors de toute(s) zone(s) de réaction ou de transition alors que l'appareil est chargé d'une éprouvette dans le creuset de l'éprouvette et du creuset de référence (3.3)

Note 1 à l'article: Dans cette partie de la courbe enregistrée, la différence de flux thermique (3.4) entre le creuset de l'éprouvette et le creuset de référence (3.3) dépend exclusivement de la capacité thermique de l'éprouvette et de la ligne de base de l'appareil (3.7.1).

Note 2 à l'article: La ligne de base de l'éprouvette reflète la dépendance de la capacité thermique de l'éprouvette vis-à-vis de la température.

Note 3 à l'article: Pour les déterminations de la capacité thermique, une courbe DSC dynamique est nécessaire, ainsi que la *ligne de base de l'appareil* (3.7.1) et les lignes de base isothermes initiale et finale (voir la [Figure 1](#)).

3.7.3

ligne de base virtuelle

ligne imaginaire tracée le long de la largeur du pic à travers une zone de réaction et/ou de transition, en supposant que la chaleur due à la réaction et/ou transition est nulle

Note 1 à l'article: En supposant que la variation de la capacité thermique avec la température est linéaire, la ligne de base virtuelle est tracée en interpolant ou en extrapolant la ligne de base de l'éprouvette au moyen d'une ligne droite. Elle est normalement indiquée sur la courbe DSC pour des raisons de commodité (voir les [Figures 1](#) et [2](#)).

Note 2 à l'article: La ligne de base virtuelle tracée du début du pic T_i à la fin du pic T_f , c'est à dire la ligne de base du pic (voir la [Figure 2](#)), permet de déterminer la surface du pic à partir de laquelle la chaleur de transition peut être obtenue. En l'absence de variation significative de la capacité thermique pendant la transition ou la réaction, la ligne de base peut être tracée simplement en reliant le début du pic à la fin du pic de façon linéaire. En cas de variations significatives de la capacité thermique, une ligne de base sigmoïdale peut être utilisée.

Note 3 à l'article: Les lignes de base virtuelles extrapolées et interpolées peuvent dévier l'une de l'autre (voir la [Figure 2](#)).

3.8

palier

variation abrupte positive ou négative de la hauteur d'une courbe DSC, maintenue dans une plage de température limitée

Note 1 à l'article: Un palier dans la courbe DSC peut être provoqué, par exemple, par une transition vitreuse (voir la [Figure 2](#)).

3.8.1

hauteur de palier

différence entre les hauteurs des lignes de bases extrapolées avant et après un palier, mesurée au temps ou à la température qui correspond au point sur la courbe DSC qui est équidistant des deux lignes de base

3.9

pic

partie de la courbe DSC qui s'écarte de la *ligne de base de l'éprouvette* (3.7.2) pour atteindre un maximum ou un minimum, puis qui retourne à la *ligne de base de l'éprouvette* (3.7.2)

Note 1 à l'article: Un pic dans la courbe DSC peut indiquer une réaction chimique ou une transition du premier ordre. L'écart initial du pic par rapport à la *ligne de base virtuelle* (3.7.3) correspond au début de la réaction ou de la transition.

3.9.1

pic endothermique

pic pour lequel le flux thermique fourni dans le creuset de l'éprouvette est supérieur à celui du *creuset de la référence* (3.3)

Note 1 à l'article: Cela correspond à une transition qui absorbe la chaleur.

3.9.2

pic exothermique

pic pour lequel le flux thermique fourni dans le creuset de l'éprouvette est inférieur à celui du *creuset de référence* (3.3)

Note 1 à l'article: Cela correspond à une transition qui dégage de la chaleur.

3.9.3

surface du pic

surface délimitée par un pic et la *ligne de base virtuelle* (3.7.3) interpolée

3.9.4

hauteur du pic

distance la plus importante dans la direction des ordonnées entre la *ligne de base virtuelle* (3.7.3) interpolée et la courbe DSC pendant un pic

Note 1 à l'article: La hauteur du pic, qui est exprimée en watts (W) ou en watts par gramme (W/g) avec utilisation facultative de tout préfixe SI, n'est pas nécessairement proportionnelle à la masse de l'éprouvette.

3.9.5

largeur du pic

distance entre les températures ou les temps initiaux et finaux d'un pic

3.10

températures conventionnelles, T , ou temps conventionnels, t

valeurs de température et de temps obtenues à partir de la courbe DSC

Note 1 à l'article: Voir la [Figure 2](#).

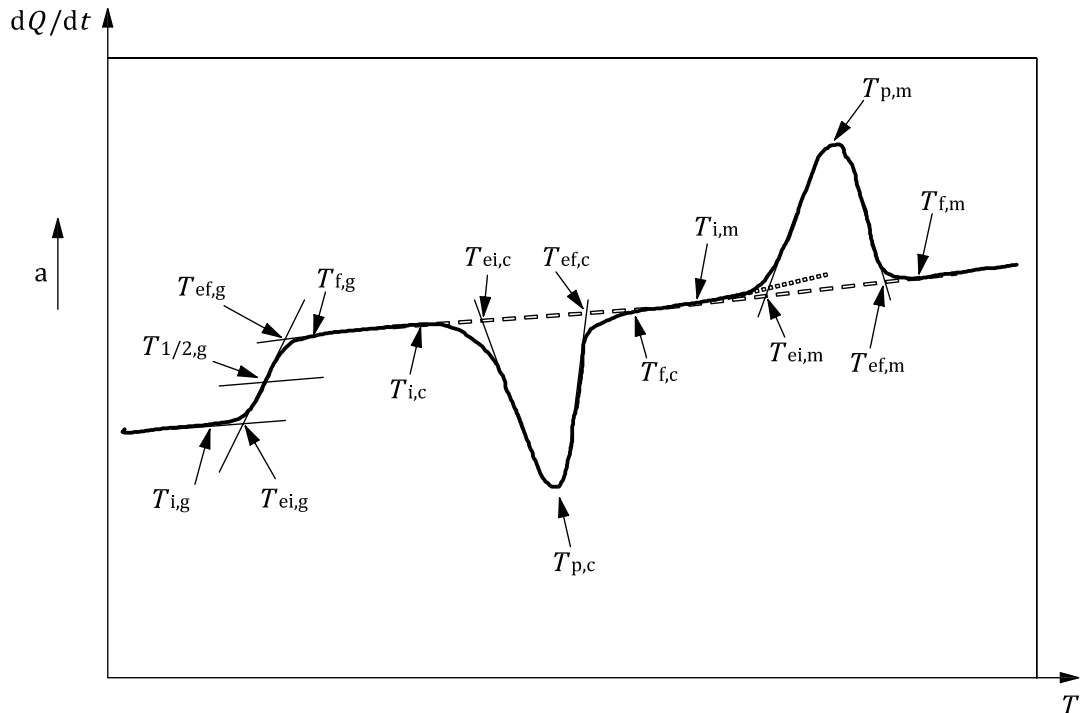
Note 2 à l'article: Pour tous les types d'appareils DSC, il faut distinguer deux catégories différentes de températures:

- la température à la position de la référence;
- la température à la position de l'éprouvette.

La température à la position de la référence est celle privilégiée pour tracer des thermogrammes. Si la température à la position de l'éprouvette est utilisée, alors cela doit être consigné dans le rapport d'essai.

Note 3 à l'article: Les températures conventionnelles sont exprimées en degrés Celsius (°C), les températures relatives et les différences de température en kelvins (K) et les temps conventionnels en secondes (s) ou minutes (min) (voir la [Figure 2](#)).

Note 4 à l'article: La courbe DSC peut également être tracée en utilisant le temps, t , en abscisses au lieu de la température, T .



Légende

dQ/dt flux thermique

T température (ou t , temps)

Températures conventionnelles si la température est utilisée comme échelle d'abscisse (de même, les temps conventionnels s'appliquent si le temps est utilisé comme échelle d'abscisse)

Le premier indice, ou couple d'indices, indique la position sur la courbe DSC relative au palier ou au pic:

- | | | |
|---|-----------|---|
| — température initiale | T_i | premier écart détectable de la courbe DSC par rapport à la ligne de base initiale extrapolée; |
| — température initiale interpolée ou extrapolée | T_{ei} | (dans le cas d'un pic) point d'intersection de la ligne de base virtuelle interpolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du début de pic ou (dans le cas d'un palier) point d'intersection de la ligne de base initiale extrapolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du palier; |
| — température médiane | $T_{1/2}$ | moitié de la hauteur du palier; |
| — pic de température | T_p | distance la plus importante entre la courbe et la ligne de base virtuelle au cours d'un pic endothermique ou exothermique, c'est-à-dire la hauteur du pic; |
| — température finale interpolée ou extrapolée | T_{ef} | (dans le cas d'un pic) point d'intersection de la ligne de base virtuelle interpolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion de la fin de pic ou (dans le cas d'un palier) point d'intersection de la ligne de base finale extrapolée et de la tangente au niveau du point d'inflexion du palier; |
| — température finale | T_f | dernier écart détectable de la courbe par rapport à la ligne de base finale extrapolée. |

Le second indice indique le type de transition:

- g transition vitreuse
- c cristallisation
- m fusion