
**Plastiques — Thermogravimétrie (TG)
des polymères —**

Partie 2:

Détermination de l'énergie d'activation

Plastics — Thermogravimetry (TG) of polymers —

Part 2: Determination of activation energy

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11358-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11358-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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	2
6 Étalonnage de la masse et de la température	2
7 Éprouvettes	3
8 Mode opératoire	3
9 Expression des résultats	3
10 Fidélité	5
11 Rapport d'essai	5
Bibliographie	6

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 11358-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 11358-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>

Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères —

Partie 2: Détermination de l'énergie d'activation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11358 spécifie une méthode d'essai pour la détermination de l'énergie d'activation, E_a , de l'équation d'Arrhénius relative à la décomposition des polymères, au moyen d'une technique thermogravimétrique. Cette méthode est applicable si la réaction se produit suivant un seul processus élémentaire et dans le cas de réactions en plusieurs étapes, à condition qu'elles soient constituées d'étapes avec des paliers distincts nettement séparés.

NOTE Le terme énergie d'activation est plus adapté pour décrire la cinétique des réactions en phase gazeuse. Lorsque les réactions chimiques commencent à partir d'un état solide, comme c'est le cas pour celles de la présente partie de l'ISO 11358, ces paramètres sont utilisés à des fins pratiques.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 11358:1997, *Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères — Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11358 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

équation d'Arrhenius

équation représentant la dépendance de la constante de vitesse de la réaction par rapport à la température

NOTE La constante de vitesse de la réaction, k , est exprimée par l'équation d'Arrhenius suivante:

$$k = A \exp(-E_a/RT) \quad (1)$$

où

R est la constante des gaz parfaits = 8,314 J·K⁻¹·mol⁻¹;

T est la température absolue, en kelvin (K);

A est le facteur préexponentiel, en secondes réciproques (s⁻¹);

E_a est l'énergie d'activation, en J·mol⁻¹;

k est la constante de vitesse de réaction (= $d\alpha/dt$), en secondes réciproques (s⁻¹).

3.2 énergie d'activation

E_a
énergie, en excès par rapport à l'état de repos, qui doit être ajoutée à un système atomique ou moléculaire pour permettre à un processus particulier de se produire

NOTE Elle est exprimée en $J \cdot mol^{-1}$.

3.3 taux de conversion

α
quantité de produits présents à une température et à un temps particuliers lors d'une réaction par rapport à la quantité finale de produits

NOTE 1 Cette grandeur est obtenue par l'équation:

$$\alpha = (M_i - M_t) / (M_i - M_f) \quad (2)$$

où

M_i est la quantité initiale, en mg;

M_t est la quantité à une température et à un temps particuliers, en mg;

M_f est la quantité finale, en mg.

NOTE 2 Lorsque des réactions en plusieurs étapes se produisent, les taux de conversion de chaque étape sont calculés séparément.

NOTE 3 Le taux de conversion est sans dimension et varie de 0 à 1,005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>

4 Principe

Les éprouvettes sont chauffées à plusieurs vitesses de montée en température différentes et la variation de masse est mesurée en fonction de la température. Les températures correspondant à des taux de conversion donnés sont déterminées pour chaque vitesse de montée en température. Pour un taux de conversion donné, le logarithme de la vitesse de montée en température est porté sur un diagramme en fonction de l'inverse de la température absolue et l'énergie d'activation est calculée à partir de la pente de la droite ainsi obtenue.

5 Appareillage

Voir l'ISO 11358:1997, Article 5.

6 Étalonnage de la masse et de la température

6.1 Étalonnage de la masse

Voir l'ISO 11358:1997, 7.1.

6.2 Étalonnage de la température

Voir l'ISO 11358:1997, 7.2.

7 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent se présenter sous forme de poudre, de granulés, de grains, de filaments ou de films. Les éprouvettes doivent être préparées en découpant le matériau à des dimensions appropriées à l'appareillage (voir l'ISO 11358:1997, 6.1). Des éprouvettes de petite taille, c'est-à-dire avec un grand rapport surface/volume sont préférées. Le broyage dans un broyeur à azote liquide pourra être utilisé pour réduire les dimensions de l'éprouvette.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Voir l'ISO 11358:1997, Article 8.

Appliquer le mode opératoire pour trois vitesses de montée en température différentes ou plus, en utilisant des éprouvettes de masse identique ($\pm 1\%$). Les vitesses de montée en température minimale et maximale doivent différer d'au moins un facteur 5.

Afin d'améliorer l'exactitude de la détermination, enregistrer la masse d'un creuset vide soumis aux mêmes conditions d'atmosphère, de débit de gaz, de vitesse de montée en température que celles utilisées pour l'essai avec l'éprouvette. Si une variation de masse est observée lors de l'essai avec le creuset vide (imputable en général à la poussée de l'air), soustraire la courbe obtenue avec le creuset vide de celle obtenue avec l'éprouvette, afin d'obtenir une courbe thermogravimétrique corrigée. Ce mode opératoire doit être répété pour toutes les vitesses de montée en température. L'analyse du résultat doit être effectuée sur les bases des courbes corrigées.

NOTE Il est préférable d'utiliser des éprouvettes de taille < 10 mg et des vitesses de montée en température < 10 K·min⁻¹. Pour des échantillons > 10 mg et des vitesses de montée en température > 10 K·min⁻¹, il se peut que la température de l'éprouvette ne suive pas le profil de température exigé.

8.2 Réactions non oxydantes

Une atmosphère inerte (par exemple azote) doit être maintenue pendant l'essai pour éviter une oxydation de l'échantillon. Seul un gaz purifié (pureté d'au moins 99,95 %) doit être utilisé pour créer une atmosphère inerte.

8.3 Réactions oxydantes

Une atmosphère oxydante (oxygène ou air) doit être utilisée lors d'essais sur des polymères qui subissent des réactions d'oxydation. Le type du gaz utilisé ainsi que sa pureté doivent être inclus dans le rapport d'essai.

9 Expression des résultats

9.1 Présentation graphique

Présenter les données thermogravimétriques obtenues sous forme d'une courbe de la variation de masse ou du pourcentage de variation de masse en fonction de la température. Déterminer les températures spécifiques sur la courbe TG, en utilisant les modes opératoires décrits dans l'ISO 11358:1997, Article 9.

9.2 Détermination de l'énergie d'activation

Vérifier que la masse finale obtenue à la fin de chaque mesurage est constante, indiquant ainsi la fin de la réaction, et que la variation du pourcentage en masse entre le début et la fin de l'essai est également identique pour chacune des vitesses de montée en température.

Déterminer les températures absolues à un taux de conversion, α , donné à partir des courbes TG obtenues pour chacune des vitesses de montée en température, β . Répéter cette opération pour d'autres taux de conversion. Des exemples de courbes sont présentés à la Figure 1.

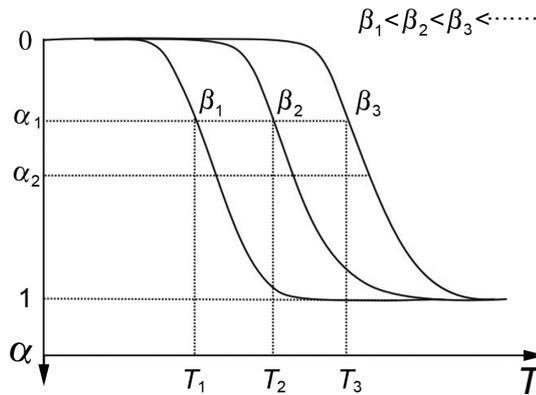


Figure 1 — Détermination de la température absolue pour une conversion et une vitesse de montée en température données

L'approximation donnée par l'Équation (3) a été établie par Ozawa puis par Flynn et Wall (voir Référence [1] et [2] dans la Bibliographie) et est utilisée pour déterminer l'énergie d'activation, E_a .

$$\text{Log}\beta + 0,4567 (E_a/RT) = \text{constante} \tag{3}$$

où E_a et R sont respectivement l'énergie d'activation et la constante des gaz parfaits ($= 8,314 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$).

L'Équation (4) est obtenue aux vitesses de montée en température $\beta_1, \beta_2, \beta_3, \dots$, et aux températures T_1, T_2, T_3, \dots , pour un taux de conversion donné, α_1 .

$$\text{Log}\beta_1 + 0,4567 (E_a/RT_1) = \text{Log}\beta_2 + 0,4567 (E_a/RT_2) = \text{Log}\beta_3 + 0,4567 (E_a/RT_3) \tag{4}$$

Des relations linéaires sont obtenues en reportant sur un diagramme le logarithme de la vitesse de montée en température, $\log \beta$, en fonction de l'inverse de la température absolue, T^{-1} , pour chaque taux de conversion, α (voir Figure 2), et l'énergie d'activation, E_a , est calculée à partir de la pente ($- 0,4567 E_a/R$) dans chaque cas.

NOTE 1 Cette méthode n'est pas adaptée pour les taux de conversion élevés.

NOTE 2 Cette méthode n'est pas fiable lorsque la valeur de E_a varie considérablement d'un taux de conversion à l'autre et/ou lorsqu'il n'y a pas de relation linéaire entre $\log \beta$ et T^{-1} .

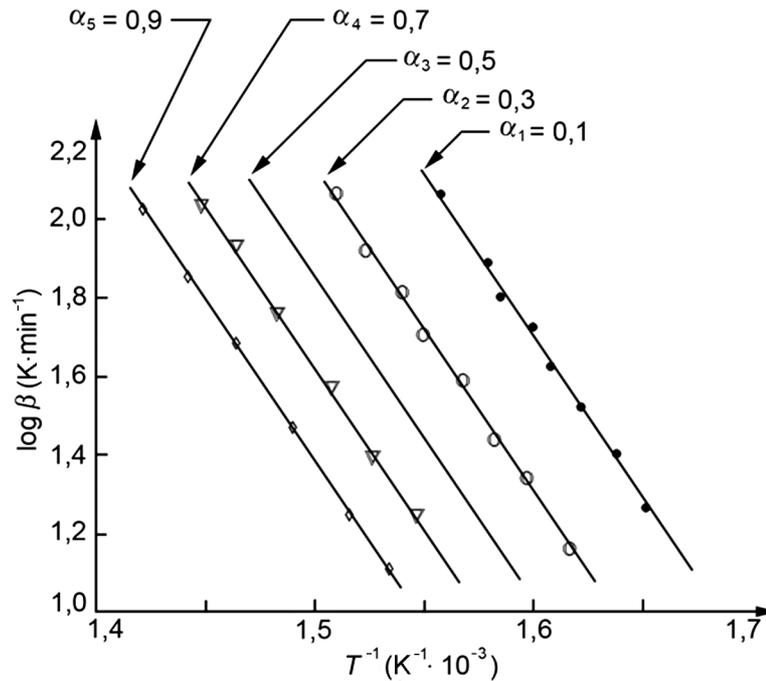


Figure 2 — Vitesse de montée en température en fonction de l'inverse de la température absolue

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Fidélité

Voir Référence [3] dans la Bibliographie. [ISO 11358-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94045b99-6284-40e3-a995-d290ab32ad8a/iso-11358-2-2005>

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence à la présente partie de l'ISO 11358;
- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète des matériaux analysés;
- la forme et les dimensions (le cas échéant) de l'éprouvette;
- la masse de l'éprouvette;
- les détails concernant la méthode de conditionnement de l'éprouvette avant l'essai;
- les dimensions et le matériau de fabrication du creuset;
- l'atmosphère et le débit de gaz utilisés;
- les vitesses de montée en température utilisées;
- le matériau étalon de référence utilisé pour l'étalonnage en température;
- l'énergie d'activation déterminée au moyen des Équations (1) ou (3);
- toute observation concernant l'appareillage, les conditions d'essai ou le comportement de l'éprouvette;
- la date de l'essai.