

# МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

# ISO 11358-1

Первое издание  
2014-07-15

---

---

## Пластмассы. Термогравиметрия (ТГ) полимеров.

Часть 1.

### Общие принципы

*Plastics — Thermogravimetry (TG) of polymers —*

*Part 1: General principles*

ISO 11358-1:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-06e2be74778a/iso-11358-1-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 11358-1:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 11358-1:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-06e2be74778a/iso-11358-1-2014>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

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](mailto:copyright@iso.org)

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

|   |           |
|---|-----------|
| Предисловие.....                                  | iv        |
| <b>1 Область применения .....</b>                 | <b>1</b>  |
| <b>2 Нормативные ссылки .....</b>                 | <b>1</b>  |
| <b>4 Сущность метода.....</b>                     | <b>2</b>  |
| <b>5 Аппаратура.....</b>                          | <b>2</b>  |
| <b>6 Подготовка образца для испытания.....</b>    | <b>3</b>  |
| 6.1 Общие указания .....                          | 3         |
| 6.2 Образцы для испытания из готовых изделий..... | 3         |
| 6.3 Кондиционирование образца для испытания.....  | 3         |
| 6.4 Масса образца для испытания .....             | 3         |
| <b>7 Калибровка .....</b>                         | <b>3</b>  |
| 7.1 Калибровка по массе .....                     | 3         |
| 7.2 Калибровка по температуре.....                | 3         |
| <b>8 Проведение испытания .....</b>               | <b>4</b>  |
| 8.1 Общие положения.....                          | 4         |
| 8.2 Режим сканирования температуры .....          | 5         |
| 8.3 Изотермический режим .....                    | 5         |
| <b>9 Обработка результатов .....</b>              | <b>5</b>  |
| 9.1 Графическое представление .....               | 5         |
| 9.2 Определение увеличения массы.....             | 5         |
| 9.3 Определение потери массы.....                 | 6         |
| <b>10 Протокол испытания.....</b>                 | <b>10</b> |

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Процедуры, используемые для разработки этого документа и его дальнейшего обслуживания описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В особенности должны быть отмечены различные утвержденные критерии, необходимые для различных типов документов ISO. Этот документ был подготовлен в соответствии с правилами Части 2 Директив ISO/IEC (см. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав. Информация о каких-либо патентных правах, определенных в ходе разработки документа будет во введении и/или в списке патентных деклараций ISO (см. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Любое торговое наименование, используемое в настоящем документе — информация, данная для удобства пользователей, и не означает одобрения.

За разъяснениями значений специальных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также об информации о следовании ISO принципам ВТО о технических барьерах в торговле (ТБТ) см. по следующему URL: [Foreword — Supplementary information](http://www.iso.org/foreword).

Настоящий документ был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 61, *Пластмассы*, Подкомитетом SC 5, *Физико-химические свойства*

Настоящее первое издание отменяет и заменяет ISO 11358:1997, которое было технически пересмотрено.

Основные изменения:

- a) включение ISO 472 в пункт Нормативные ссылки и удаление определений, установленных в нем;
- b) пересмотр технических характеристик аппаратуры.

ISO 11358 включает следующие части под общим названием *Пластмассы. Термогравиметрия (ТГ) полимеров*:

- *Часть 1. Общие принципы*
- *Часть 2. Определение энергии активации*
- *Часть 3. Определение энергии активации с помощью графика Озава-Фридмана и анализ кинетики реакции.*

# Пластмассы. Термогравиметрия (ТГ) полимеров.

## Часть 1.

### Общие принципы

#### 1 Область применения

Настоящая часть стандарта ISO 11358 устанавливает общие требования к термогравиметрическим методам анализа полимеров. Термогравиметрические методы анализа могут применяться как для жидких, так и для твердых материалов. Твердые материалы могут быть в виде таблеток, гранул или порошков. Данным методом можно анализировать и готовые изделия, измельчив их до нужного размера.

Термогравиметрия может быть использована для определения температуры (температур) и скорости (скоростей) разложения полимеров, а также для одновременного измерения количества содержащихся в них летучих компонентов, добавок и/или наполнителей.

Термогравиметрические измерения могут быть выполнены в динамическом режиме (изменение массы в зависимости от температуры или времени в заданных условиях) или в изотермическом режиме (изменение массы в зависимости от времени при постоянной температуре).

Термогравиметрические измерения могут также осуществляться с использованием различных испытательных атмосфер, например, для того, чтобы различать термическое разложение в инертной среде от окислительной деструкции.

#### 2 Нормативные ссылки

Следующие документы целиком или частично являются нормативными ссылками в настоящем стандарте и являются необходимыми для его применения. Для датированных ссылок применяется только приведенное здесь издание. Для недатированных ссылок применяется последнее издание документа (включая любые поправки). [74778a/iso-11358-1-2014](https://www.iso.org/standard/74778a/iso-11358-1-2014)

ISO 291, *Пластмассы. Стандартные атмосферы для кондиционирования и испытания*

ISO 472, *Пластмассы. Словарь*

ISO 11357-1, *Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы*

#### 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, указанные в ISO 472, а также следующие.

##### 3.1

**динамическое определение изменения массы**

**dynamic mass-change determination**

метод регистрации изменения массы образца для испытания при изменении температуры  $T$ , изменяющейся с программируемой скоростью.

##### 3.2

**изотермическое определение изменения массы**

**isothermal mass-change determination**

метод регистрации изменения массы образца для испытания в зависимости от времени  $t$  при постоянной температуре  $T$ .

**3.3 температура Кюри**  
**Curie temperature**  
температура, при которой ферромагнитный материал переходит из ферромагнитного состояния в парамагнитное состояние или обратно.

## 4 Сущность метода

Образец для испытания нагревают с заданной скоростью по управляемой температурной программе, и изменение массы измеряют как функцию температуры. В другом варианте образец находится при заданной постоянной температуре, а изменение массы измеряют как функцию времени в течение заданного периода.

В процессе измерения образец находится в контролируемой инертной или окислительной атмосфере.

В большинстве случаев, наблюдаемое изменение массы испытуемого образца является результатом реакций разложения, окисления, или улетучивание компонента. Изменение массы регистрируют в виде термогравиметрической (ТГ) кривой.

Изменение массы материала, как функция температуры, и степень этого изменения являются показателями термической стабильности материала. Поэтому данные ТГ можно использовать для оценки относительной термической стабильности полимеров одного типа, а также взаимодействия полимер — полимер или полимер — аддитив, используя измерения, проводимые в одинаковых условиях.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Данные ТГ можно использовать для процессов контроля, разработки и оценки материала. Долговременная термическая стабильность — это комплексная функция условий эксплуатации и окружающей среды. Одни лишь данные ТГ не отражают долговременную термическую стабильность полимера.

## 5 Аппаратура

Промышленность выпускает целый ряд приборов, пригодных для термогравиметрических измерений. Основными составляющими прибора являются следующие:

### 5.1 Термовесы, отвечающие следующим требованиям:

- обеспечивающие постоянную скорость нагревания или охлаждения, необходимую для проведения измерений;
- обеспечивающие постоянную температуру при проведении измерений (отклонения не более  $\pm 0,3$  К в процессе измерения);
- обеспечивающие регулировку скорости газа для продувки с отклонением не более  $\pm 10$  % по всему диапазону (например, от 10 мл/мин до 150 мл/мин);
- обеспечивающие диапазон температур и масс в соответствии с условиями эксперимента;
- оснащенные прибором, обеспечивающим автоматическую запись кривой зависимости массы от температуры и времени;
- обеспечивающие измерение температуры с точностью не менее  $\pm 2$  К;
- обеспечивающие измерение времени с точностью не менее  $\pm 1$  с;
- обеспечивающие измерение массы с точностью не менее  $\pm 0,01$  мг.

**5.2 Газ для продувки**, сухой воздух или кислород (окислительная атмосфера) или инертный газ с объемной долей кислорода не более 0,001 % (неокислительная атмосфера). Массовая доля воды в газе для продувки — не более 0,001 %.

## 6 Подготовка образца для испытания

### 6.1 Общие указания

Образцы для испытания могут быть в жидкой или твердой форме. Образцы в твердой форме могут быть в виде порошков, таблеток, гранул или нарезанных кусочков. В случае готовых изделий форма образца для испытания должна быть такой, в какой эти изделия обычно используются.

### 6.2 Образцы для испытания из готовых изделий

Отрезают образец для испытания размером, соответствующим размеру держателя для образца, используя микротом или лезвие бритвы.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Форма и размер образца для испытания обычно зависят от держателя для образца. Площадь поверхности образца для испытания влияет на суммарные результаты. Например, если сравнить образцы для испытаний с большей и меньшей площадями поверхности, имеющие одинаковые массы, то образец для испытания с меньшей площадью поверхности обычно изменяется с меньшей скоростью.

### 6.3 Кондиционирование образца для испытания

Если нет других указаний, перед испытанием образцы для испытания кондиционируют при температуре  $(23 \pm 2)$  °C и относительной влажности воздуха  $(50 \pm 5)$  % в соответствии с ISO 291 или любым другим способом, установленным по соглашению между заинтересованными сторонами.

### 6.4 Масса образца для испытания

Рекомендуемая масса образца для испытаний от 10 мг до 100 мг.

## 7 Калибровка

### 7.1 Калибровка по массе

Калибровку термовесов проводят без продувки их газом (чтобы предотвратить любое возмущение, возникающее из-за эффектов выталкивания и/или конвекции), с использованием калиброванных разновесов от 10 до 100 мг, как указано ниже:

Записывают температуру, при которой проводилась калибровка по массе.

Устанавливают термовесы на нулевую отметку. Помещают калиброванный разновес на термовесы и измеряют соответствующее изменение массы. Если необходимо, регулируют термовесы таким образом, чтобы измеренная масса была равна массе калиброванного разновеса.

Если калибровка выполнялась согласно прилагаемым поверочным процедурам или сторонней сервисной службой, то получаемый в таком случае сертификат о калибровке является подтверждением правильности калибровки по массе.

### 7.2 Калибровка по температуре

Калибровку по температуре выполняют, используя ту же самую атмосферу, скорость потока газа и скорость нагревания, что и при испытании (см. Раздел 8).

Если метод термогравиметрии не совмещен с другими термоаналитическими методами, то при калибровке термовесов следуют нижеуказанной процедуре.

- a) выбирают два или несколько эталонных материалов с температурой Кюри вблизи исследуемого диапазона температур. Если возможно, выбирают эталонные материалы таким образом, чтобы диапазон исследуемых температур находился между температурами Кюри этих эталонных материалов.
- b) начинают нагревание с той же скоростью, которая будет использоваться и при испытании в соответствии с разделом 8, и выполняют калибровку, основанную на определении температуры Кюри, при этом определяют начальную температуру  $T_A$ , температуру в средней точке  $T_C$  и конечную температуру  $T_B$ .

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** Температура Кюри — это температура, при которой ферромагнитный материал переходит в парамагнитное состояние при нагревании. Эффект обратим. Действие магнитного поля (например, сильного магнита, помещенного ниже печи) приводит к уменьшению силы притяжения ферромагнитного образца. Это создает очевидное увеличение веса, которое теряется при нагревании образца выше его температуры Кюри.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Следует применять сертифицированные эталонные материалы, рекомендованные метрологическими лабораториями. Требуемые эталонные материалы могут быть получены у изготовителей оборудования или Национального метрологического института.

Если термовесы объединены с датчиком ДСК (дифференциальная сканирующая калориметрия) рекомендуется проводить калибровку термовесов по температуре в соответствии с процедурой, установленной в соответствующем стандарте, например в ISO 11357-1 для ДСК.

**ПРИМЕЧАНИЕ 3** Температуру плавления эталонного материала определяют как точку пересечения экстраполированной базовой линии и тангенса угла наклона эндотермы в точке перегиба кривой (так называемая начальная температура).

**ПРИМЕЧАНИЕ 4** Калибровка — определяющая стадия для получения надежных термогравиметрических данных; на калибровку измерительной системы влияет соотношение между геометрией температурного датчика, геометрией образца и типом атмосферы, включая скорость потока газа.

**ПРИМЕЧАНИЕ 5** Скорость потери массы зависит от скорости окисления испытуемого образца и, поэтому зависит от используемой атмосферы и скорости потока газа. Поэтому при калибровке следует использовать ту же самую атмосферу и скорость потока газа, как и при испытании (см. Раздел 8).

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Общие положения

В зависимости от требуемых условий измерения выбирают соответствующие режимы. Могут быть использованы два режима: режим сканирования температуры (см. 8.2) и изотермический режим (см. 8.3).

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** При продувке газом для термовесов характерны эффекты выталкивания и конвекции. Даже если действительное изменение массы отсутствует, наблюдается кажущееся изменение массы, и точность измерения массы уменьшается. Чтобы наблюдать кажущееся изменение массы, рекомендуется провести предварительное испытание без образца для испытания при такой же скорости нагревания и скорости потока газа, как и при испытании с образцом. Точность измерения массы не может превышать точность, полученную в предварительном испытании.

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Во время определения возможна замена газа. В этом случае необходимо использовать одну и ту же скорость потока газа. Кроме того, чтобы получить аналогичный эффект выталкивания, рекомендуется использовать газы с близкой плотностью. Если нет возможности использовать газы с близкой плотностью, необходимо вносить поправку на выталкивание.

**ПРИМЕЧАНИЕ 3** Если используют несколько газов, расстояние между источниками газов и прибором должно быть минимальным, чтобы сократить время запаздывания из-за линии продувки.

Выбирают скорость газа.



Устанавливают термовесы вместе с держателем образца на нулевую отметку, используя тот же газ для продувки и его скорость, что и при испытании образца.

Помещают на термовесы держатель для образца с образцом для испытания. Выбирают скорость потока газа, начинают продувку и, если не требуется проводить испытания в среде инертного газа, записывают начальную массу.

Для проведения испытаний в исключительно инертной атмосфере удаляют из термовесов воздух, используя вакуумный насос, затем заполняют термовесы инертным газом или продувают термовесы инертным газом с высокой скоростью в течение длительного времени, а затем записывают начальную массу.

## 8.2 Режим сканирования температуры

Устанавливают необходимую температурную программу, которая, в случае ссылки на какой либо стандарт, должна ему соответствовать.

Программа должна включать начальную и конечную температуру, времена изотермических шагов при этих температурах, скорость нагревания между программируемыми температурами и газ(ы) для продувки, используемые на различных этапах программы.

Запускают температурную программу и записывают термогравиметрическую кривую.

## 8.3 Изотермический режим

Включают прибор, устанавливая его на максимальную скорость нагревания, чтобы достичь заданной температуры как можно быстрее.

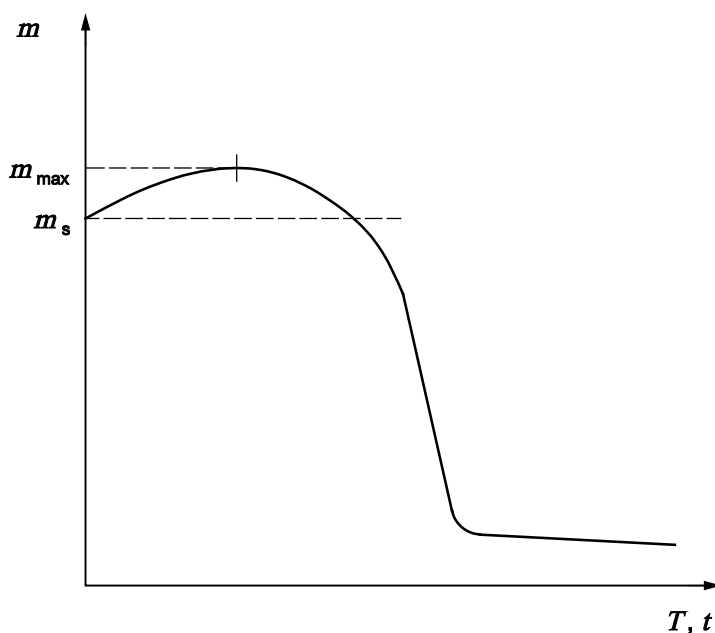
## 9 Обработка результатов

### 9.1 Графическое представление

Полученные термогравиметрические данные представляют в виде кривой зависимости изменения массы или измерения массы в процентах от времени или температуры. Характерные температуры и массы определяют из кривой ТГ в соответствии с 9.2 и 9.3.

### 9.2 Определение увеличения массы

Определяют по кривой максимальную массу  $m_{\max}$ . Типичная кривая приведена на Рисунке 1.



**Обозначение**

- m* масса
- T* температура
- t* время

**Рисунок 1 — Пример кривой ТГ, показывающей увеличение массы образца**

Увеличение массы,  $m_g$ , выраженное в процентах, вычисляют по формуле

$$m_g = \frac{m_{\max} - m_s}{m_s} \times 100, \tag{1}$$

где

- $m_{\max}$  максимальная масса, в миллиграммах;
- $m_s$  масса при начальной температуре испытания, в миллиграммах.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Увеличение массы согласно 9.2 наблюдается только в случаях абсорбции компонентов газа.

**9.3 Определение потери массы**

**9.3.1 Одностадийное уменьшения массы (см. Рисунок 2)**