

---

---

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

**Partie 1:  
Principes généraux**

*Plastics — Thermogravimetry (TG) of polymers —*

*Part 1: General principles*  
**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>



**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>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 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)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Préparation des éprouvettes</b> .....	<b>3</b>
6.1    Généralités.....	3
6.2    Éprouvettes prélevées sur des produits finis.....	3
6.3    Conditionnement des éprouvettes.....	3
6.4    Masse des éprouvettes.....	3
<b>7</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>3</b>
7.1    Étalonnage de la masse.....	3
7.2    Étalonnage en température.....	3
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
8.1    Généralités.....	4
8.2    Méthode par balayage en température.....	5
8.3    Méthode isotherme.....	5
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
9.1    Présentation graphique.....	5
9.2    Détermination d'une augmentation de masse.....	5
9.3    Détermination d'une perte de masse.....	7
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

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. 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](http://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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité responsable du présent document est le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette première édition de l'ISO 11358-1 annule et remplace l'ISO 11358:1997, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- a) ajout de l'ISO 472 dans les références normatives et retrait des définitions spécifiées dans celle-ci;
- b) révision des spécifications sur l'appareillage.

L'ISO 11358 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères*:

- *Partie 1: Principes généraux*
- *Partie 2: Détermination de l'énergie d'activation*
- *Partie 3: Détermination de l'énergie d'activation à l'aide du graphique d'Ozawa-Friedman et analyse cinétique de la réaction*

# Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères —

## Partie 1: Principes généraux

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11358 spécifie les conditions générales d'analyse des polymères au moyen des techniques de thermogravimétrie. Elle est applicable aux liquides et aux solides. Les matériaux solides peuvent se présenter sous forme de granulés, de grains ou de poudre. Cette méthode d'analyse est également applicable aux objets façonnés sur lesquels une éprouvette de dimensions appropriées est prélevée.

La thermogravimétrie peut être utilisée pour déterminer la/les température(s) et le(s) taux de décomposition des polymères et pour mesurer simultanément les quantités de matières volatiles, d'additifs et/ou de charges qu'ils contiennent.

Les mesurages thermogravimétriques peuvent être réalisés selon un mode dynamique (variation de masse en fonction de la température ou du temps, dans des conditions définies) ou un mode isotherme (variation de masse en fonction du temps, à température constante).

Les mesurages thermogravimétriques peuvent aussi être réalisés en employant différentes atmosphères d'essai, par exemple pour séparer une décomposition dans une atmosphère inerte à partir d'une dégradation oxydative.

[ISO 11358-1:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-06e2be74778a/iso-11358-1-2014)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-06e2be74778a/iso-11358-1-2014)

### 2 Références normatives [06e2be74778a/iso-11358-1-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e8a6279-8400-453e-bfa8-06e2be74778a/iso-11358-1-2014)

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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*

ISO 11357-1, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 ainsi que les suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **détermination dynamique de la variation de masse**

technique d'enregistrement des variations de la masse d'une éprouvette en fonction de la température  $T$  en faisant varier cette dernière à une vitesse préétablie

#### 3.2

##### **détermination de la variation de masse en régime isotherme**

technique d'enregistrement des variations de la masse d'une éprouvette en fonction du temps  $t$ , à température constante  $T$

### 3.3

#### température de Curie

température à laquelle un matériau ferromagnétique passe de l'état ferromagnétique à l'état paramagnétique ou réciproquement

## 4 Principe

Une éprouvette est chauffée à des vitesses spécifiées suivant un programme de température contrôlé, et la variation de masse en fonction de la température est mesurée. Réciproquement, l'éprouvette est conservée à une température constante donnée et la variation de masse est mesurée en fonction du temps pendant une durée déterminée.

L'éprouvette est maintenue dans une atmosphère inerte ou oxydante contrôlée pendant le mesurage.

En général, les réactions qui provoquent une variation de masse de l'éprouvette sont, soit des réactions de décomposition ou d'oxydation soit des réactions impliquant la volatilisation d'un constituant. La variation de masse est enregistrée sous la forme d'une courbe thermogravimétrique (TG).

Les variations de masse d'un matériau en fonction de la température et l'ampleur de cette variation constituent des indicateurs de la stabilité thermique du matériau considéré. Les données de TG peuvent donc être utilisées pour évaluer la stabilité thermique relative des polymères d'une même famille générique, ou de zones d'interaction polymère-polymère ou polymère-additif, au moyen de mesurages effectués dans des conditions d'essai identiques.

NOTE Les données de TG peuvent être utilisées pour le contrôle et le développement d'une procédure ainsi que pour l'évaluation du matériau. La stabilité thermique à long terme est une fonction complexe des conditions environnementales et de service. Les données de TG seules peuvent ne pas être suffisantes pour décrire la stabilité thermique à long terme d'un polymère.

## 5 Appareillage

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

Plusieurs instruments appropriés aux mesurages thermogravimétriques sont disponibles dans le commerce. L'appareillage de base comprend ce qui suit:

### 5.1 Thermobalance, satisfaisant les exigences suivantes:

- capacité à fournir des vitesses de montée en température et de refroidissement appropriées pour les mesurages envisagés;
- capacité de maintenir la température d'essai constante (à  $\pm 0,3$  K ou moins pendant la durée des mesures);
- capacité de maintenir un débit de purge de gaz constant à  $\pm 10$  % d'une plage de débit (par exemple, 10 ml/min à 150 ml/min);
- gamme de température et de masse conforme aux exigences expérimentales;
- appareil enregistreur capable d'enregistrer automatiquement la courbe mesurée de la masse en fonction de la température et du temps;
- mesurage des signaux de température avec une exactitude inférieure ou égale à  $\pm 2$  K;
- mesurage du temps avec une exactitude inférieure ou égale à  $\pm 1$  s;
- mesurage de la masse avec une exactitude inférieure ou égale à  $\pm 20$   $\mu$ g.

**5.2 Gaz de purge**, air sec ou oxygène (conditions oxydantes) ou gaz inerte approprié ayant une teneur en oxygène inférieure ou égale à 0,001 % en volume (conditions non-oxydantes). Dans les deux cas, la teneur en eau du gaz de purge doit être inférieure à 0,001 % en masse.

## 6 Préparation des éprouvettes

### 6.1 Généralités

Les éprouvettes peuvent se présenter sous forme de liquides ou de solides. Ces derniers peuvent prendre la forme de poudre, granulés, grains ou découpes. Pour les produits finis, l'éprouvette doit avoir la forme rencontrée normalement dans les conditions d'utilisation.

### 6.2 Éprouvettes prélevées sur des produits finis

Découper l'éprouvette suivant des dimensions adaptées au porte-éprouvettes. Pour ce faire, il est possible d'utiliser un microtome ou des lames de rasoir.

NOTE La forme et les dimensions de l'éprouvette sont généralement fixées en fonction du porte-échantillon. La superficie de l'éprouvette influe sur les résultats globaux. Par exemple, si l'on compare une éprouvette ayant une superficie importante avec une éprouvette ayant une plus petite superficie, les deux éprouvettes ayant la même masse, l'éprouvette qui a la plus petite superficie se modifie plus lentement.

### 6.3 Conditionnement des éprouvettes

Sauf spécification contraire dans une spécification matière ou une norme produit, conditionner les éprouvettes, avant le mesurage, à l'une des atmosphères normales spécifiées dans l'ISO 291, ou selon toute autre méthode ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

### 6.4 Masse des éprouvettes

De préférence, la masse de l'éprouvette doit être comprise entre 10 mg et 100 mg.

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

### 7.1 Étalonnage de la masse

Étalonner la thermobalance comme indiqué ci-après au moyen de masses étalonnées de 10 mg à 100 mg, sans faire passer de gaz dans la thermobalance (afin d'éviter qu'une poussée et/ou un effet de convection n'influent sur le mesurage).

Enregistrer la température à laquelle l'étalonnage de la masse est effectué.

Ajuster le point zéro de la balance. Mettre en place le poids étalon sur la thermobalance et mesurer la variation de masse correspondante. Ajuster, si nécessaire, de façon que la masse mesurée soit égale à la masse étalon.

Si l'étalonnage de masse est réalisé par des procédures incluses dans le logiciel de contrôle de l'instrument ou par des prestataires de service externes, un certificat d'étalonnage valide peut être acceptable pour démontrer l'étalonnage de masse adéquat.

### 7.2 Étalonnage en température

Effectuer l'étalonnage de la température avec la même atmosphère, le même débit de gaz et la même vitesse de montée en température que ceux devant être utilisés dans la procédure spécifiée à [l'Article 8](#).

Si la thermobalance n'est pas couplée à une autre méthode de thermoanalyse, utiliser la procédure suivante:

- a) Choisir au moins deux matériaux étalons avec une température de Curie proche du domaine de température à examiner. Si possible, choisir les matériaux étalons de sorte que le domaine de températures à examiner se situe entre les températures de Curie de deux d'entre eux.

- b) Démarrer le chauffage à la même vitesse que celle utilisée lors de la procédure spécifiée à [l'Article 8](#) et procéder à l'étalonnage sur la base de la température de départ  $T_A$ , de la température de mi-domaine  $T_C$  et de la température finale  $T_B$  pour la transition à la température de Curie.

NOTE 1 Le point de Curie est la température à laquelle un matériau ferromagnétique devient paramagnétique par chauffage. L'effet est réversible. L'application d'un champ magnétique (par exemple en plaçant un aimant fort en dessous du four) exerce une force vers le bas sur l'échantillon ferromagnétique. Cela crée une augmentation apparente du poids qui disparaît dès que l'échantillon est chauffé au-dessus de sa température de Curie.

NOTE 2 Il est préférable d'utiliser des matériaux étalons certifiés retrouvables par les laboratoires de métrologies. Des matériaux étalons adaptés peuvent être disponibles auprès de fabricants d'instrument ou des Instituts de Métrologie Nationaux.

Si la thermobalance est combinée avec un détecteur DSC, il est recommandé d'étalonner la température de la thermobalance en suivant les procédures spécifiées dans les normes correspondantes, par exemple ISO 11357-1 pour la DSC.

NOTE 3 Le point de fusion d'un matériau étalon est défini comme l'intersection des prolongements de la ligne de base et de la tangente à la pente de l'endotherme au point d'inflexion de la courbe (c'est-à-dire la température initiale).

NOTE 4 L'étalonnage est l'étape la plus critique si l'on souhaite obtenir des données thermogravimétriques fiables; le rapport existant entre le capteur de température, la géométrie de l'éprouvette, le type d'atmosphère et le débit de gaz, influe sur l'étalonnage de la chaîne de mesure.

NOTE 5 La vitesse à laquelle la perte de masse intervient dépend de la vitesse d'oxydation de l'éprouvette et, par conséquent, en partie de l'atmosphère et du débit de gaz auxquels elle est exposée. Il est donc important d'employer la même atmosphère et le même débit de gaz lors de l'étalonnage que dans la procédure spécifiée à [l'Article 8](#).

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 8 Mode opératoire

ISO 11358-1:2014

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

### 8.1 Généralités

En fonction des exigences de mesurage, une préparation appropriée des instruments doit être choisie. Deux méthodes peuvent être utilisées: balayage en température (voir [8.2](#)) et isotherme (voir [8.3](#)).

NOTE 1 La thermobalance est soumise à une variation de la poussée et à un effet de convection en débit gazeux. Même s'il ne se produit aucune variation de masse, on observe une variation apparente de la masse ainsi qu'une réduction de l'exactitude de la mesure de masse. Il est recommandé d'effectuer un essai préliminaire sans éprouvette, à la même vitesse de montée en température et avec le même débit gazeux que lors de l'essai proprement dit, afin de constater la variation apparente de la masse. L'exactitude de la mesure de la masse ne peut être meilleure que celle obtenue lors de l'essai préliminaire.

NOTE 2 Il est possible de changer de gaz pendant la détermination. Dans ce cas, il sera nécessaire d'utiliser le même débit. En outre, il est recommandé d'utiliser des gaz de masses volumiques semblables afin d'obtenir un effet de poussée similaire. Si l'on ne peut pas utiliser des gaz de masses volumiques similaires, il peut être nécessaire de faire une correction de poussée.

NOTE 3 Lors de l'utilisation de gaz multiples, il est important que les distances entre les sources de gaz et l'instrument soient aussi petites que possible afin de minimiser le temps de latence dû à la purge de la ligne.

Sélectionner le débit de gaz.

Ajuster le point zéro de la balance incluant le porte-échantillons en utilisant le même gaz de purge et le même débit qu'utilisés lors du mesurage de l'échantillon.

Placer le porte-échantillons chargé de l'éprouvette sur la thermobalance. Démarrer l'écoulement du gaz et enregistrer la masse initiale, à moins que l'alinéa suivant ne s'applique:



Pour les essais conduits dans une atmosphère totalement inerte, soit dégazer la thermobalance par pompage sous vide et la remplir ensuite ou purger avec le gaz inerte à utiliser pour le mesurage au moins 10 min avec le même débit que pour le mesurage avant d'enregistrer la masse.

## 8.2 Méthode par balayage en température

Etablir le programme de température à réaliser, qui doit être tel que spécifié par la norme pertinente, le cas échéant.

Le programme doit comporter les températures initiale et finale, la durée des paliers isothermes à ces températures, ainsi que les vitesses de montée en température entre les températures programmées, et le(s) gaz de purge à utiliser pour les différentes étapes du programme.

Lancer le programme de température et enregistrer la courbe thermogravimétrique.

## 8.3 Méthode isotherme

Allumer l'appareil en le faisant fonctionner à sa vitesse maximale de montée en température pour pouvoir atteindre aussi rapidement que possible la température spécifiée.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Présentation graphique

Présenter les données thermogravimétriques obtenues sous forme d'une courbe de masse ou de variation de masse en fonction du temps ou de la température. Déterminer les températures et masses spécifiques à partir de la courbe TG en utilisant les procédures spécifiées en [9.2](#) et [9.3](#).

### 9.2 Détermination d'une augmentation de masse

Déterminer la masse maximale  $m_{\max}$  à partir de la courbe. Une courbe typique de gain de masse est présentée à la [Figure 1](#).