
**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 11358-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b3fd900-9802-4196-856a-b5e17ff9d763/iso-11358-1-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11358-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b3fd900-9802-4196-856a-b5e17ff9d763/iso-11358-1-2022>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Préparation des éprouvettes	3
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
7 Étalonnage	3
7.1 Étalonnage de la masse	3
7.2 Étalonnage en température	4
8 Mode opératoire	6
8.1 Généralités	6
8.2 Méthode par balayage en température	6
8.3 Méthode isotherme	6
8.4 Correction de la poussée	7
9 Expression des résultats	7
9.1 Présentation graphique	7
9.2 Détermination d'une augmentation de masse	7
9.3 Détermination d'une perte de masse	8
9.3.1 Perte de masse en une seule étape	8
9.3.2 Perte de masse en plusieurs étapes	9
9.3.3 Détermination du taux de résidu	12
10 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Matériaux étalons pour l'étalonnage en température du point de Curie	13
Bibliographie	14

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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11358-1:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes :

- l'ISO 472 a été ajoutée dans les références normatives ;
- les définitions spécifiées dans l'ISO 472 ont été retirées ;
- le mesurage dans une atmosphère réactive a été ajouté ;
- les spécifications sur l'appareillage ont été mises à jour ;
- les modes opératoires d'étalonnage ont été mis à jour ;
- la correction de la poussée a été ajoutée ;
- l'utilisation d'une courbe thermogravimétrique différentielle a été ajoutée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 11358 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.

Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères —

Partie 1: Principes généraux

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les conditions générales d'analyse des polymères au moyen des techniques de thermogravimétrie. Il 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.

Le présent document établit des méthodes pour l'étude des effets physiques et des réactions chimiques qui sont associés aux variations de masse.

Le présent document peut être utilisé 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.

Le présent document est applicable aux mesurages selon un mode dynamique (variation de masse en fonction de la température ou du temps, dans des conditions de température définies) ou un mode isotherme (variation de masse en fonction du temps, à température constante).

Le présent document est applicable aux mesurages en employant différentes atmosphères d'essai, tels que la séparation d'une décomposition dans une atmosphère inerte à partir d'une dégradation oxydative.

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

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 (détermination dynamique de la variation de masse). 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 (détermination dynamique de la variation de masse).

L'éprouvette est maintenue dans une atmosphère inerte, oxydante ou réactive 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. Dans certains cas, des mesurages avec des gaz de réaction spéciaux peuvent également être effectués.

La variation de masse en fonction de la température et/ou du temps 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'un procédé, 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

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 constantes de montée en température et de refroidissement appropriées pour les mesurages envisagés ;
- capacité à maintenir la température d'essai constante (à $\pm 0,3$ K près ou moins pendant la durée des mesures) ;
- capacité à maintenir un débit de purge de gaz constant à ± 10 % près sur la plage de débit (par exemple, de 10 ml/min à 150 ml/min) nécessaire pour les mesurages envisagés ;
- plage 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 ;

NOTE Certains instruments peuvent aussi afficher des courbes thermogravimétriques différentielles (courbes DTG) pour une meilleure évaluation des résultats.

- mesurage des signaux de température avec une exactitude d'au moins ± 1 % de la température absolue mesurée, en K ;
- mesurage du temps avec une exactitude d'au moins ± 1 s ;
- mesurage de la masse avec une exactitude d'au moins ± 20 μg .

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-échantillons. 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, dans 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

La masse de l'éprouvette doit être conforme à l'objectif visé par les mesurages et doit être compatible avec la plage de masse de la thermobalance.

7 Étalonnage

7.1 Étalonnage de la masse

Étalonner la thermobalance dans des conditions statiques du gaz de purge (afin d'éviter toute perturbation du débit due à la poussée), comme indiqué ci-après, au moyen de masses étalonnées dans le domaine de mesurage prévu.

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

Ajuster le point zéro de la thermobalance. Mettre en place le poids étalon sur la thermobalance et mesurer la variation de masse correspondante. Afin d'étendre la plage, plusieurs poids étalons différents peuvent être utilisés. Si nécessaire, ajuster la thermobalance de façon que la masse mesurée soit égale à la masse étalon.

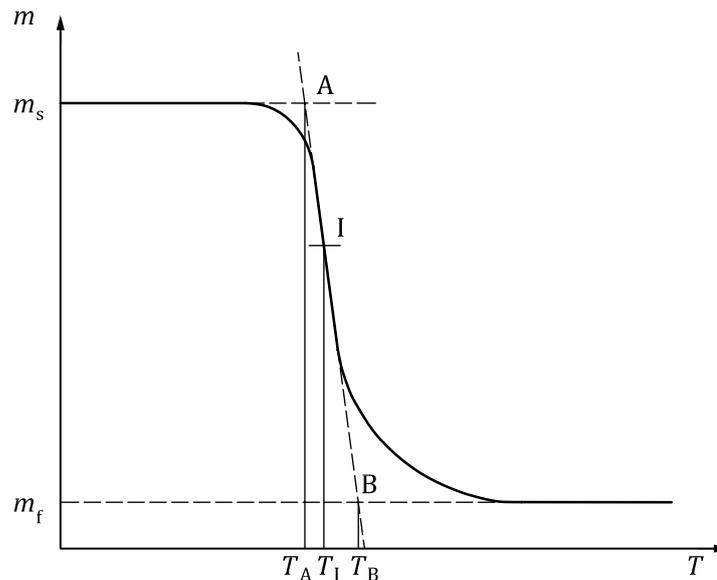
Si l'étalonnage de masse est réalisé par des modes opératoires inclus dans le logiciel de contrôle de l'instrument ou par des prestataires de service externes, un certificat d'étalonnage valide peut être acceptable pour démontrer l'étalonnage de masse adéquat.

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 le mode opératoire spécifié à [l'Article 8](#).

Si la thermobalance n'est pas couplée à une autre méthode de thermoanalyse, utiliser le mode opératoire suivant^{[1],[2]} :

- 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 température à examiner se situe entre les températures de Curie de deux d'entre eux.
- b) Placer un aimant approprié au-dessus ou en dessous de l'échantillon en fonction de la thermobalance utilisée. Comme la force du champ magnétique peut influencer sur le mesurage de la température de Curie, il est recommandé d'utiliser un faible champ magnétique.
- c) Placer de 20 mg à 30 mg de matériau étalon dans le creuset pour l'échantillon.
- d) Démarrer le chauffage à la même vitesse de montée en température, dans un creuset de même type et de même matériau, et avec un gaz de purge de même type et de même débit que ceux utilisés lors du mode opératoire spécifié à [l'Article 8](#), et procéder à l'étalonnage sur la base de la température de départ T_A , de la température au point d'inflexion T_i et de la température finale T_B pour la transition à la température de Curie.
- e) Déterminer la température de Curie mesurée à partir de la variation apparente de la masse comme illustré à la [Figure 1](#). Si nécessaire, ajuster la thermobalance de façon que la température mesurée soit égale à la température de Curie déclarée.



Légende

m	masse	A	point de départ extrapolé
m_s, m_f	masse au point de départ ou au point final, respectivement	B	point final extrapolé
T	température	I	point d'inflexion
T_A, T_B, T_I	températures au point de départ extrapolé (A), au point final extrapolé (B) ou au point d'inflexion (I), respectivement		

Figure 1 — Exemple d'étalonnage de 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 en plaçant un aimant en dessous ou au-dessus de l'échantillon exerce une force vers le bas sur l'échantillon ferromagnétique. Cela crée une augmentation ou une diminution apparente du poids qui disparaît dès que l'échantillon est chauffé au-dessus de sa température de Curie. Des informations plus détaillées sur l'évaluation de la variation apparente de la masse qui se produit au point de Curie sont disponibles dans la littérature^{[3],[4]}.

Il est préférable d'utiliser des matériaux étalons certifiés retrouvables par les laboratoires de métrologie. Des matériaux étalons appropriés peuvent être disponibles auprès de fabricants d'instruments ou des Instituts de Métrologie Nationaux. Des exemples de matériaux étalons magnétiques appropriés sont donnés dans l'[Annexe A](#).

Si la thermobalance est combinée avec un détecteur par analyse thermique différentielle à un seul capteur (SS-DTA)^{[5],[6]} par analyse thermique différentielle (ATD) ou par analyse calorimétrique différentielle (DSC), il est recommandé d'étalonner la température de la thermobalance en suivant les modes opératoires spécifiés dans les normes correspondantes, par exemple l'ISO 11357-1^[7] pour la DSC.

NOTE 2 L'approche par analyse thermique différentielle à un seul capteur (SS-DTA) est fondée sur la possibilité d'obtenir un signal ATD en comparant la température de l'échantillon expérimental avec une température de référence calculée.

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 extrapolée).

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. Sans la correction du temps de latence, l'étalonnage en température dépend également de la vitesse de montée en température. Certains instruments peuvent fournir une correction automatique du temps de latence et/ou un étalonnage en température indépendant de la vitesse de montée en température.

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 le mode opératoire spécifié à [l'Article 8](#).

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

En fonction des exigences de mesurage, une préparation appropriée des instruments doit être choisie. Trois méthodes peuvent être utilisées :

- balayage en température (voir [8.2](#)) ;
- isotherme (voir [8.3](#)) ; ou
- une combinaison des deux.

Sélectionner le débit de gaz.

Ajuster le point zéro de la thermobalance incluant le porte-échantillons en utilisant le même gaz de purge, le même creuset et le même débit que ceux utilisés lors du mesurage de l'échantillon.

Placer le porte-échantillons chargé de l'éprouvette sur la thermobalance. Démarrer l'écoulement du gaz de purge 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.

Si un changement de gaz de purge est nécessaire pendant la détermination, le même débit doit être utilisé. En outre, il est recommandé de choisir 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 pour tous les gaz de purge concernés.

Lors de l'utilisation de gaz de purge multiples, les distances entre les sources de gaz et l'instrument doivent être maintenues aussi petites que possible afin de minimiser le temps de latence dû à la purge de la ligne.

8.2 Méthode par balayage en température

Établir 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 isotherme spécifiée et enregistrer la courbe thermogravimétrique.

Si un dépassement excessif est observé avant d'atteindre la température isotherme spécifiée, la vitesse de montée en température applicable peut être réduite de manière adéquate.

8.4 Correction de la poussée

Pour une plus grande exactitude des mesurages de masse, des corrections peuvent être nécessaires pour compenser les variations de la poussée et l'effet de convection qui se produisent dans la thermobalance en raison du type et/ou du débit du gaz de purge. Si cela s'applique, un cycle à blanc doit être effectué à la même vitesse de montée en température, dans un creuset de même type et de même matériau, et avec un gaz de purge de même type et de même débit que pour les mesurages. Pour ce cycle à blanc, un creuset vide peut être utilisé ou le creuset peut être rempli d'un matériau inerte ayant une masse similaire à celle de l'échantillon à mesurer. On obtient une courbe TG corrigée pour tenir compte de la poussée en soustrayant cette courbe à blanc du cycle de mesure.

NOTE Certains instruments assurent une correction automatique de la poussée, ce qui peut améliorer l'exactitude des résultats par rapport à des mesurages sans correction de la poussée. Toutefois, une meilleure exactitude des résultats est obtenue en réalisant la correction de la poussée comme décrit en [8.4](#).

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 modes opératoires spécifiés en [9.2](#) et [9.3](#).

NOTE La détermination de la courbe de variation de la masse en fonction de la température ou du temps peut être favorisée sur des instruments ayant la capacité de calculer la dérivée première de la courbe de masse. Ces courbes TG différentielles peuvent faciliter l'analyse des effets de chevauchement ou la détermination des points d'inflexion.

9.2 Détermination d'une augmentation de masse

Déterminer la masse maximale, m_{\max} , à partir de la courbe. Une courbe type de gain de masse est présentée à la [Figure 2](#).