

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –

**Part 2-807: Test methods for materials for interconnection structures –
Decomposition temperature (T_d) using TGA**

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –

Partie 2-807: Méthodes d'essai des matériaux pour structures d'interconnexion – Température de décomposition (T_d) par analyse thermogravimétrique



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2021 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester. If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'IEC ou du Comité national de l'IEC du pays du demandeur. Si vous avez des questions sur le copyright de l'IEC ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de l'IEC de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigendum or an amendment might have been published.

IEC publications search - webstore.iec.ch/advsearchform

The advanced search enables to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee, ...). It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available online and once a month by email.

IEC Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: sales@iec.ch.

IEC online collection - oc.iec.ch

Discover our powerful search engine and read freely all the publications previews. With a subscription you will always have access to up to date content tailored to your needs.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary on electrotechnology, containing more than 22 000 terminological entries in English and French, with equivalent terms in 18 additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) online.

A propos de l'IEC

La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications IEC

Le contenu technique des publications IEC est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Recherche de publications IEC -

webstore.iec.ch/advsearchform

La recherche avancée permet de trouver des publications IEC en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études, ...). Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications IEC. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et une fois par mois par email.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: sales@iec.ch.

IEC online collection - oc.iec.ch

Découvrez notre puissant moteur de recherche et consultez gratuitement tous les aperçus des publications. Avec un abonnement, vous aurez toujours accès à un contenu à jour adapté à vos besoins.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire d'électrotechnologie en ligne au monde, avec plus de 22 000 articles terminologiques en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans 16 langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (IEV) en ligne.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies –

**Part 2-807: Test methods for materials for interconnection structures –
Decomposition temperature (T_d) using TGA**

Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles –

Partie 2-807: Méthodes d'essai des matériaux pour structures d'interconnexion – Température de décomposition (T_d) par analyse thermogravimétrique

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

ICS 31.180

ISBN 978-2-8322-1019-8

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD	3
1 Scope	5
2 Normative references	5
3 Terms and definitions	5
4 Test specimens	5
5 Test apparatus	6
6 Test procedure	6
7 Report	7
Bibliography	8
Figure 1 – Mass-temperature curve.....	7

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, PRINTED BOARDS
AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –****Part 2-807: Test methods for materials for interconnection structures –
Decomposition temperature (T_d) using TGA**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature, whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

IEC 61189-2-807 has been prepared by IEC technical committee 91: Electronics assembly technology. It is an International Standard.

The text of this International Standard is based on the following documents:

Draft	Report on voting
91/1697/CDV	91/1738/RVC

Full information on the voting for its approval can be found in the report on voting indicated in the above table.

The language used for the development of this International Standard is English.

This document was drafted in accordance with ISO/IEC Directives, Part 2, and developed in accordance with ISO/IEC Directives, Part 1 and ISO/IEC Directives, IEC Supplement, available at www.iec.ch/members_experts/refdocs. The main document types developed by IEC are described in greater detail at www.iec.ch/standardsdev/publications.

A list of all parts in the IEC 61189 series, published under the general title *Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this document will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC website under webstore.iec.ch in the data related to the specific document. At this date, the document will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

TEST METHODS FOR ELECTRICAL MATERIALS, PRINTED BOARDS AND OTHER INTERCONNECTION STRUCTURES AND ASSEMBLIES –

Part 2-807: Test methods for materials for interconnection structures – Decomposition temperature (T_d) using TGA

1 Scope

This part of IEC 61189 specifies a test method to determine the decomposition temperature (T_d) of base laminate materials using thermogravimetric analysis (TGA).

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60194-2, *Printed boards design, manufacture and assembly – Vocabulary – Part 2: Common usage in electronic technologies as well as printed board and electronic assembly technologies*

ISO 11358-1, *Plastics – Thermogravimetry (TG) of polymers – Part 1: General principles*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60194-2 apply.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- IEC Electropedia available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform available at <https://www.iso.org/obp>

4 Test specimens

4.1 Specimens shall be an unclad laminate material or laminate material where the copper has been completely removed.

4.2 The typical weight of the sample is 10 mg to 30 mg. Samples shall be cut to a specified size which is suitable for the sample pan using appropriate procedures and equipment. All edges of the sample shall be finished such that it is smooth and burr-free to allow the sample to rest completely flat on the sample pan. This can be achieved by sanding or equivalent. Use care to minimize the introduction of mechanical stress, and that any sanding medium does not become embedded into the sample.

NOTE 1 Samples of the same mass but with a smaller surface area are likely to lose mass at a slower rate.

NOTE 2 It is recognized that different resin content of the samples is likely to yield different T_d results.

4.3 The specimen shall be preconditioned by baking at $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 24 hours and placed in a desiccator for cooling to room temperature (equilibration) prior to testing. The TGA test shall be started within 15 minutes after removing the specimen from the desiccator to minimise moisture being absorbed.

4.4 Unless otherwise specified, one specimen shall be tested. A minimum of three specimens shall be tested as a referee method. For the referee method, the three specimens shall be taken from random locations.

5 Test apparatus

5.1 Thermogravimetric analyzer (TGA), the TGA instrument shall be comprised of the following:

- a) microbalance, null type, sensitive to 0,001 mg;
- b) furnace, equipped with dry pure nitrogen (moisture less than 5 ppm, oxygen less than 20 ppm) purge;
- c) temperature programmer, capable of providing controlled $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ or $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ per minute heating rate from ambient to $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ with a tolerance of $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2 The TGA shall be capable of determining a mass change to within 0,01 mg.

5.3 The circulating air oven shall be capable of maintaining $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Desiccator or low humidity cabinet shall be capable of maintaining an atmosphere less than 30% RH at $23 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.5 A sanding equipment is required to provide specimens edges smooth and burr-free.

5.6 A temperature and humidity meter shall be used to record the environmental temperature and humidity, within $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $\pm 1\text{ \% RH}$.

6 Test procedure

6.1 Calibrate the balance of the TGA to within $\pm 0,01\text{ mg}$, following the calibration instructions regarding ISO 11358-1 and manufacturer's recommendations.

6.2 Calibrate the temperature sensor to within $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$, following the calibration instructions regarding ISO 11358-1 and manufacturer's recommendations.

6.3 Run the TGA pure nitrogen purge for 30 minutes with a purge rate of 55 cc/min before inserting a sample.

The rate of the gas purification will have a significant effect on the calibration, therefore, the TGA instrument shall be calibrated with the same flow rate as is used during the test. The flow rate should not be changed after it has been calibrated.

6.4 Place the sample in the TGA and measure its mass. The sample should be positioned avoiding to get in contact with temperature sensor during the test procedure.

6.5 Heat the sample at a rate of $5\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ or $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ from ambient (not to exceed $50\text{ }^{\circ}\text{C}$) to $550\text{ }^{\circ}\text{C}$.

NOTE The test termination temperature can be appropriately increased for the base laminate materials which have a higher grade heat resistance.

6.6 Record the temperature, at which the mass of the sample is 2,0 % less than its mass measured at 50°C, as the thermal decomposition temperature T_d (2 %).

6.7 Record the temperature, at which the mass of the sample is 5,0 % less than its mass measured at 50°C, as the thermal decomposition temperature T_d (5 %).

6.8 Produce a TGA plot; a typical TGA plot is shown in Figure 1.

6.9 Minimum value of the T_d should be taken when refereeing.

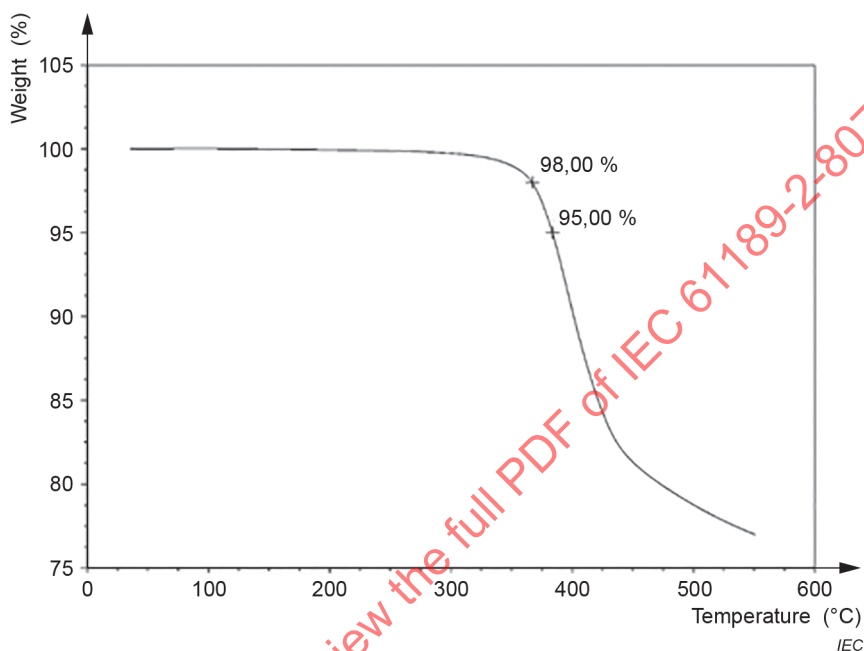


Figure 1 – Mass-temperature curve

7 Report

The report shall include:

- the test method number and revision level;
- the identification and description of the material tested;
- the initial mass of the sample, in mg;
- the room temperature and relative humidity under which testing was conducted;
- the heating rate of the test, in °C;
- the thermal decomposition temperature, T_d (2 %), in °C;
- the thermal decomposition temperature, T_d (5 %), in °C;
- the date of the test;
- any deviation from the test method;
- the name or type of the used thermogravimetric analyzer;
- the name of the person conducting the test.

Bibliography

IPC-TM-650, Method 2.3.40 *Thermal Stability*

IPC-TM-650, Method 2.4.24.6 *Decomposition Temperature (T_d) of Laminate Material Using TGA*

ASTM D3850-19, *Standard Test Method for Rapid Thermal Degradation of Solid Electrical Insulating Materials by Thermogravimetric Method (TGA)*

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	11
1 Domaine d'application	13
2 Références normatives	13
3 Termes et définitions	13
4 Éprouvettes d'essai	13
5 Appareillage d'essai	14
6 Procédure d'essai	14
7 Rapport	15
Bibliographie.....	17
 Figure 1 – Courbe masse-température	 15

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES,
LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES
D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –****Partie 2-807: Méthodes d'essai des matériaux pour
structures d'interconnexion –
Température de décomposition (T_d) par analyse thermogravimétrique**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (IEC) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de l'IEC). L'IEC a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. À cet effet, l'IEC – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de l'IEC"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'IEC, participent également aux travaux. L'IEC collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de l'IEC concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de l'IEC intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de l'IEC se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de l'IEC. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que l'IEC s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; l'IEC ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de l'IEC s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de l'IEC dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de l'IEC et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) L'IEC elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de l'IEC. L'IEC n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à l'IEC, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de l'IEC, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de l'IEC ou de toute autre Publication de l'IEC, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document de l'IEC peuvent faire l'objet de droits de brevet. L'IEC ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets.

L'IEC 61189-2-807 a été établie par le comité d'études 91 de l'IEC: Techniques d'assemblage des composants électroniques. Il s'agit d'une Norme internationale.

Le texte de cette Norme internationale est issu des documents suivants:

Projet	Rapport de vote
91/1697/CDV	91/1738/RVC

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à son approbation.

La langue employée pour l'élaboration de cette Norme internationale est l'anglais.

Ce document a été rédigé selon les Directives ISO/IEC, Partie 2, il a été développé selon les Directives ISO/IEC, Partie 1 et les Directives ISO/IEC, Supplément IEC, disponibles sous www.iec.ch/members_experts/refdocs. Les principaux types de documents développés par l'IEC sont décrits plus en détail sous www.iec.ch/standardsdev/publications.

Une liste de toutes les parties de la série IEC 61189, publiées sous le titre général *Méthodes d'essai pour les matériaux électriques, les cartes imprimées et autres structures d'interconnexion et ensembles*, peut être consultée sur le site web de l'IEC.

Le comité a décidé que le contenu de ce document ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de l'IEC sous webstore.iec.ch dans les données relatives au document recherché. À cette date, le document sera

- reconduit,
- supprimé,
- remplacé par une édition révisée, ou
- amendé.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61189-2-807:2021

MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX ÉLECTRIQUES, LES CARTES IMPRIMÉES ET AUTRES STRUCTURES D'INTERCONNEXION ET ENSEMBLES –

Partie 2-807: Méthodes d'essai des matériaux pour structures d'interconnexion – Température de décomposition (T_d) par analyse thermogravimétrique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'IEC 61189 spécifie une méthode d'essai pour déterminer la température de décomposition (T_d) des matériaux stratifiés de base par analyse thermogravimétrique (TGA, *thermogravimetric analysis*).

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).

IEC 60194-2, *Printed board design, manufacture and assembly – Vocabulary – Part 2: Common usage in electronic technologies as well as printed board and electronic assembly technologies* (disponible en anglais seulement)

ISO 11358-1, *Plastiques – Thermogravimétrie (TG) des polymères – Partie 1: Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'IEC 60194-2 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:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

4 Éprouvettes d'essai

4.1 Les éprouvettes doivent être en matériau stratifié non plaqué ou en matériau stratifié sur lequel le cuivre a été complètement retiré.

4.2 Le poids type de l'échantillon est compris entre 10 mg et 30 mg. Les échantillons doivent être découpés à une taille spécifiée, qui est adaptée à la coupelle à échantillon, à l'aide de procédures et d'équipements appropriés. Tous les bords de l'échantillon doivent offrir une finition telle qu'ils soient lisses et sans bavures, afin de permettre à l'échantillon de rester complètement plat sur la coupelle à échantillon. Ceci peut être obtenu par ponçage ou procédé équivalent. Prendre des précautions pour réduire le plus possible l'introduction de contraintes mécaniques, et afin que tout support de ponçage ne soit pas incrusté dans l'échantillon.

NOTE 1 Des échantillons de même masse mais avec une surface inférieure sont susceptibles de perdre de la masse à un rythme plus lent.

NOTE 2 Il est admis qu'une teneur en résine différente des échantillons est susceptible d'entraîner des résultats de température de décomposition différents.

4.3 L'éprouvette doit être préconditionnée par cuisson à $110\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 24 heures, et placée dans un dessiccateur afin de refroidir pour atteindre la température ambiante (équilibre) avant les essais. L'essai de l'analyse thermogravimétrique doit démarrer dans les 15 minutes qui suivent le retrait de l'éprouvette du dessiccateur, afin de réduire le plus possible l'humidité absorbée.

4.4 Sauf spécification contraire, une éprouvette doit être soumise à essai. Au moins trois éprouvettes doivent être soumises à essai comme méthode de référence. Pour la méthode de référence, les trois éprouvettes doivent être prélevées à partir d'emplacements aléatoires.

5 Appareillage d'essai

5.1 Analyseur thermogravimétrique (TGA), l'instrument utilisé pour l'analyse thermogravimétrique doit se composer des éléments suivants:

- a) microbalance, type valeur nulle, sensible à 0,001 mg;
- b) four, équipé d'une purge à l'azote pur sec (humidité inférieure à 5 ppm, oxygène inférieur à 20 ppm);
- c) programmeur de température, capable de fournir une vitesse de chauffe contrôlée de 5 °C ou 10 °C par minute, de la température ambiante à 800 °C avec une tolérance de $\pm 0,1\text{ °C}$.

5.2 L'analyseur thermogravimétrique doit être capable de déterminer la variation de masse à 0,01 mg près.

5.3 Le four à chaleur tournante doit être capable de maintenir une température de $110\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.4 Le dessiccateur ou armoire à faible humidité doit être capable de maintenir une atmosphère inférieure à 30 % de HR à $23 \pm 2\text{ °C}$.

5.5 Un équipement de ponçage est exigé afin de rendre les bords des éprouvettes lisses et sans bavures.

5.6 Un dispositif de mesure de la température et de l'humidité doit être utilisé pour enregistrer la température et l'humidité environnementales, à $\pm 1\text{ °C}$ et $\pm 1\text{ %}$ de HR.

6 Procédure d'essai

6.1 Etalonner la balance de l'analyseur thermogravimétrique à $\pm 0,01\text{ mg}$, en suivant les instructions d'étalonnage concernant l'ISO 11358-1 et les recommandations du fabricant.

6.2 Etalonner le capteur de température à $\pm 1,0\text{ °C}$, en suivant les instructions d'étalonnage concernant l'ISO 11358-1 et les recommandations du fabricant.

6.3 Lancer la purge à l'azote pur de l'analyseur thermogravimétrique pendant 30 minutes à une vitesse de purge de 55 cc/min avant d'insérer un échantillon.

La vitesse de purification du gaz aura un effet significatif sur l'étalonnage; l'instrument utilisé pour l'analyse thermogravimétrique doit par conséquent être étalonné avec le même débit que celui utilisé pendant l'essai. Il convient de ne pas modifier le débit après l'étalonnage.

6.4 Placer l'échantillon dans l'analyseur thermogravimétrique et mesurer sa masse. Il convient de positionner l'échantillon pour éviter qu'il n'entre en contact avec le capteur de température au cours de la procédure d'essai.

6.5 Chauffer l'échantillon à un rythme de 5 °C/min ou 10 °C/min, de la température ambiante (ne devant pas dépasser 50 °C) à 550 °C.

NOTE La température à la fin de l'essai peut être augmentée de façon appropriée pour les matériaux stratifiés de base présentant une résistance à la chaleur plus élevée.

6.6 Enregistrer la température, à laquelle la masse de l'échantillon est inférieure de 2,0 % à sa masse mesurée à 50°C, comme la température de décomposition thermique T_d (2 %).

6.7 Enregistrer la température, à laquelle la masse de l'échantillon est inférieure de 5,0 % à sa masse mesurée à 50°C, comme la température de décomposition thermique T_d (5 %).

6.8 Réaliser un tracé de l'analyse thermogravimétrique. Un tracé type de l'analyse thermogravimétrique est représenté sur la Figure 1.

6.9 Il convient de relever la valeur minimale de la température de décomposition lors de la recherche d'une valeur de référence.

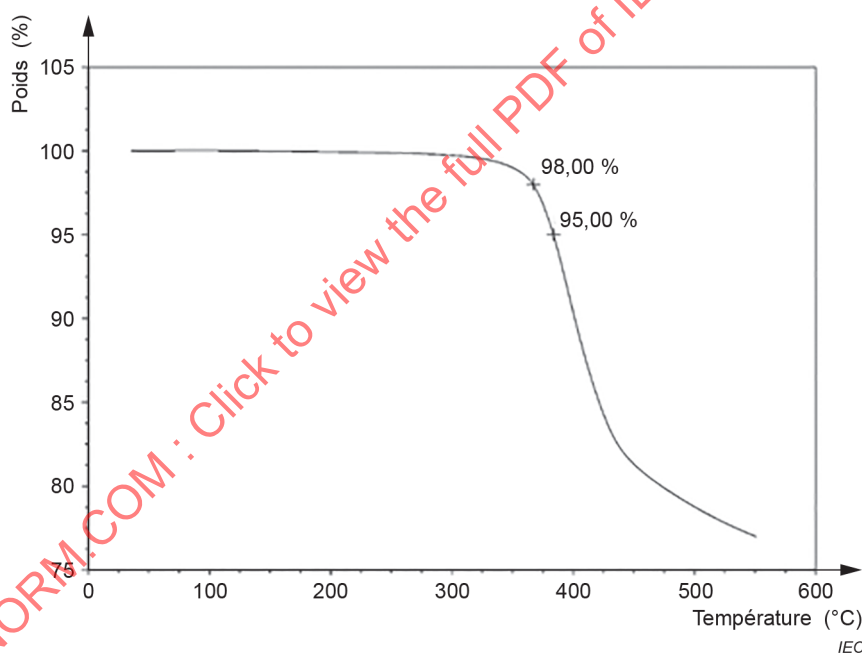


Figure 1 – Courbe masse-température

7 Rapport

Le rapport doit comprendre les éléments suivants:

- le numéro et le niveau de révision de la méthode d'essai;
- l'identification et la description du matériau soumis à essai;
- la masse initiale de l'échantillon, en mg;
- la température ambiante et l'humidité relative dans lesquelles les essais ont été réalisés;
- la vitesse de chauffage de l'essai, en °C;
- la température de décomposition thermique, T_d (2 %), en °C;