

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61006

Deuxième édition
Second edition
2004-01

**Matériaux isolants électriques –
Méthodes d'essai pour la détermination
de la température de transition vitreuse**

**Electrical insulating materials –
Methods of test for the determination
of the glass transition temperature**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61006:2004

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/searchpub) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/online_news/justpub) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/searchpub) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/online_news/justpub) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61006

Deuxième édition
Second edition
2004-01

**Matériaux isolants électriques –
Méthodes d'essai pour la détermination
de la température de transition vitreuse**

**Electrical insulating materials –
Methods of test for the determination
of the glass transition temperature**

© IEC 2004 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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'éditeur.

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 the publisher.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

T

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	6
1 Domaine d'application	10
2 Termes et définitions	10
3 Intérêt d'une méthode	14
4 Méthodes d'essai	14
5 Méthode A: Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC) et analyse thermique différentielle (DTA)	16
5.1 Généralités	16
5.2 Paramètres d'influence	16
5.3 Appareillage	16
5.4 Etalonnage	18
5.5 Précautions	18
5.6 Eprouvettes	18
5.7 Mode opératoire	20
5.8 Procès-verbal d'essai	20
6 Méthode B: Analyse thermomécanique (TMA)	22
6.1 Généralités	22
6.2 Appareillage	22
6.3 Etalonnage	24
6.4 Précautions	26
6.5 Eprouvettes	26
6.6 Mode opératoire	26
6.7 Calculs	28
6.8 Procès-verbal d'essai	28
7 Méthode C: Analyse mécanique dynamique (DMA)	28
7.1 Généralités	28
7.2 Paramètres d'influence	30
7.3 Méthodes et appareillage	30
7.3.1 Appareillage	30
7.3.2 Méthodes	30
7.3.3 Composition de l'appareillage	30
7.4 Etalonnage	32
7.4.1 Température	32
7.4.2 Autres paramètres	32
7.5 Précautions	32
7.6 Eprouvettes	32
7.7 Mode opératoire	32
7.8 Calculs	34
7.9 Procès-verbal d'essai	36
Annexe A (informative) Evaluation graphique	44
Bibliographie	46

CONTENTS

FOREWORD.....	7
1 Scope.....	11
2 Terms and definitions	11
3 Significance of a method	15
4 Test methods	15
5 Method A: By differential scanning calorimetry (DSC) or differential thermal analysis (DTA).....	17
5.1 General.....	17
5.2 Interferences	17
5.3 Apparatus.....	17
5.4 Calibration.....	19
5.5 Precautions	19
5.6 Test specimens	19
5.7 Procedure	21
5.8 Test report	21
6 Method B: By thermomechanical analysis (TMA).....	23
6.1 General.....	23
6.2 Apparatus.....	23
6.3 Calibration.....	25
6.4 Precautions	27
6.5 Test specimens.....	27
6.6 Procedure	27
6.7 Calculations.....	29
6.8 Test report	29
7 Method C: By dynamic mechanical analysis (DMA).....	29
7.1 General.....	29
7.2 Interferences	31
7.3 Methods and apparatus	31
7.3.1 Apparatus.....	31
7.3.2 Methods	31
7.3.3 Composition of the apparatus	31
7.4 Calibration.....	33
7.4.1 Temperature.....	33
7.4.2 Other parameters	33
7.5 Precautions	33
7.6 Test specimens	33
7.7 Procedure	33
7.8 Calculations	35
7.9 Test report	37
Annex A (informative) Graphical evaluation	45
Bibliography.....	47

Figure 1 – Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC): points de transition caractéristiques associés à la transition vitreuse.....	38
Figure 2 – Analyse thermomécanique (TMA) (Expansion): détermination de la température de transition vitreuse T_g	38
Figure 3 – Analyse thermomécanique (TMA) (Pénétration): détermination de la température de transition vitreuse T_g	40
Figure 4 – Analyse thermomécanique (TMA) (Expansion): détermination de la température de transition vitreuse (second essai).....	40
Figure 5 – Courbe typique du facteur de dissipation thermique.....	42
Figure 6 – Analyse mécanique dynamique (DMA): détermination de la température de transition vitreuse T_g	42

Withdrawing
IEC NORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61006:2004

Figure 1 – Differential scanning calometry (DSC): characteristic transition points associated with glass transition.....	39
Figure 2 – Thermomechanical analysis (TMA) (Expansion mode): determination of glass transition temperature T_g	39
Figure 3 – Thermomechanical analysis (TMA) (Penetration mode): determination of the glass transition temperature T_g	41
Figure 4 – Thermomechanical analysis (TMA) (Expansion mode): determination of the glass transition temperature (second run)	41
Figure 5 – Typical mechanical dissipation factor profile	43
Figure 6 – Dynamic mechanical analysis (DMA): determination of the glass transition temperature T_g	43

Withdawn
IEC NORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61006:2004

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE TRANSITION VITREUSE

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – 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 la CEI"). 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 la CEI, participent également aux travaux. La CEI 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 la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI 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 la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI n'a prévu aucune procédure de marquage valant indication d'approbation et n'engage pas sa responsabilité pour les équipements déclarés conformes à une de ses Publications.
- 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 la CEI, 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 la CEI, 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 la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, 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 de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61006 a été établie par le sous-comité 15E: Méthodes d'essai, du comité d'études 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Cette seconde édition annule et remplace la première édition publiée en 1991 et constitue une révision éditoriale.

Les changements par rapport à la première édition sont les suivants:

- la norme a été complètement révisée d'un point de vue éditorial et adaptée à l'état de la technique;
- une figure démontrant l'analyse mécanique dynamique a été introduite.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRICAL INSULATING MATERIALS –
METHODS OF TEST FOR THE DETERMINATION
OF THE GLASS TRANSITION TEMPERATURE**

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 provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with an IEC Publication.
- 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.

International Standard IEC 61006 has been prepared by subcommittee 15E: Methods of test, of IEC technical committee 15: Insulating materials.

This second edition cancels and replaces the first edition, published in 1991, and constitutes an editorial revision.

Changes from the first edition are as follows:

- the standard has been completely revised from an editorial point of view and adapted to the state of the art;
- a figure to demonstrate the dynamic mechanical analysis has been introduced.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
15E/222/FDIS	15E/226/RVD

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

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2010. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61006:2004

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
15E/222/FDIS	15E/226/RVD

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

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2010. At this date, the publication will be

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

Withdrawn
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61006:2004

MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LA DÉTERMINATION DE LA TEMPÉRATURE DE TRANSITION VITREUSE

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les procédures des méthodes d'essai pour la détermination de la température de transition vitreuse des matériaux isolants électriques solides. Elles s'appliquent aux matériaux amorphes ou aux matériaux partiellement cristallins comportant des zones amorphes stables et ne subissant pas de décomposition ni de sublimation dans la zone de transition vitreuse.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

transition vitreuse

changement physique dans un matériau amorphe ou dans les parties amorphes d'un matériau partiellement cristallisé, de (ou vers) un état visqueux ou caoutchoutique vers (ou à partir d') un état dur

NOTE La transition vitreuse se produit généralement dans une zone de températures relativement étroite et est semblable à la solidification d'un liquide en un état vitreux. Elle n'est pas une transition de premier ordre. Non seulement la dureté et la fragilité subissent des modifications rapides dans cette zone de températures, mais aussi d'autres propriétés telles que la dilatation thermique et la chaleur massive changent rapidement. Ce phénomène se rapporte aussi à une transition de second ordre, la transition gommeuse ou caoutchoutique. Lorsque plus d'une transition amorphe se produit dans un matériau, celle qui est associée à des changements de mouvements segmentaires des modifications moléculaires de base ou qui est accompagnée des plus grands changements des propriétés est généralement considérée comme étant la transition vitreuse. Des mélanges de matériaux amorphes peuvent présenter plusieurs transitions vitreuses, chacune d'entre elles étant associée à un des composants du mélange.

2.2

température de transition vitreuse

T_g

point situé au milieu du domaine de températures dans lequel se produit la transition vitreuse

NOTE 1 La température de transition vitreuse ne peut être déterminée facilement qu'en observant le domaine de températures dans lequel une modification importante se produit dans l'une des propriétés électriques, mécaniques ou thermiques spécifiques, ou dans une autre propriété physique. De plus, la température relevée peut varier considérablement suivant la propriété choisie pour l'observation et suivant les détails de la technique expérimentale (par exemple vitesse de chauffage, fréquence de l'essai). C'est pourquoi il convient que la température T_g relevée ne soit considérée que comme une valeur approximative, valable uniquement pour la technique donnée et les conditions particulières d'essai.

NOTE 2 Dans le cadre de la méthode d'essai C (voir Article 7), la température correspondant au pic de la courbe du facteur de dissipation mécanique accompagnant la transition vitreuse est considérée comme la température de transition vitreuse.

2.3

analyse enthalpique différentielle à balayage

DSC

technique par laquelle on mesure, en fonction de la température, la différence entre les apports d'énergie des flux de chaleur à un matériau essayé et à un matériau de référence, alors que le matériau essayé et le matériau de référence sont soumis à un programme de température déterminé

NOTE L'enregistrement est constitué par la courbe d'analyse enthalpique différentielle ou courbe DSC.

ELECTRICAL INSULATING MATERIALS – METHODS OF TEST FOR THE DETERMINATION OF THE GLASS TRANSITION TEMPERATURE

1 Scope

This International Standard specifies procedures for test methods for the determination of the glass transition temperature of solid electrical insulating materials. They are applicable to amorphous materials or to partially crystalline materials containing amorphous regions which are stable and do not undergo decomposition or sublimation in the glass transition region.

2 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

2.1

glass transition

physical change in an amorphous material or in amorphous regions of a partially crystalline material from (or to) a viscous or rubbery condition to (or from) a hard one

NOTE The glass transition generally occurs over a relatively narrow temperature region and is similar to the solidification of a liquid to a glass state; it is not a first order transition. Not only do hardness and brittleness undergo rapid changes in this temperature region, but other properties such as thermal expansion and heat capacity also change rapidly. This phenomenon is also referred to as a second order transition, rubber transition or rubbery transition. Where more than one amorphous transition occurs in a material, the one associated with changes in the segmental motions of the molecular backbone or accompanied by the largest change in properties is usually considered to be the glass transition. Blends of amorphous materials may have more than one glass transition, each associated with a separate component of the blend.

2.2

glass transition temperature

T_g

midpoint of a temperature range over which the glass transition takes place

NOTE 1 The glass transition temperature can be determined readily only by observing the temperature range in which a significant change takes place in some specific electrical, mechanical, thermal, or other physical property. Moreover, the observed temperature can vary significantly depending on the property chosen for observation and on details of the experimental technique (e.g., heating rate, frequency of test). Therefore, the observed T_g should be considered only an approximate value, valid only for that particular technique and test conditions.

NOTE 2 For the purpose of test method C (see Clause 7), the temperature of the peak of the mechanical dissipation factor curve accompanying the glass transition is taken to be the glass transition temperature.

2.3

differential scanning calorimetry

DSC

technique in which the difference in heat flow energy inputs into a tested material and a reference material is measured as a function of temperature while the tested material and the reference material are subjected to a controlled temperature programme

NOTE The record is the differential scanning calorimetric or DSC curve.

2.4

analyse thermique différentielle

DTA

technique par laquelle on mesure, en fonction de la température, la différence de température entre un matériau essayé et un matériau de référence alors que le milieu environnant commun au matériau essayé et au matériau de référence est soumis à un programme de température déterminé

NOTE 1 L'enregistrement est constitué par la courbe d'analyse thermique différentielle ou courbe DTA.

NOTE 2 On distingue quatre points caractéristiques de transition associés à la transition vitreuse (voir Figure 1).

- Température initiale extrapolée (T_i) en °C – Point d'intersection de la tangente au point de plus grande pente de la courbe de transition avec la droite tirée en prolongement de la ligne de base avant la transition.
- Température finale extrapolée (T_e) en °C – Point d'intersection de la tangente au point de plus grande pente de la courbe de transition avec la droite tirée en prolongement de la ligne de base après la transition.
- Température centrale (T_m) en °C – Point sur la courbe thermique correspondant à la moitié de la différence de la quantité de chaleur fournie entre les températures extrapolées initiale et finale.
- Température d'inflexion (T_i) en °C – Point de la courbe thermique correspondant au sommet de la première dérivée (par rapport à la température) de la courbe thermique de référence. Ce point correspond au point d'inflexion de la courbe d'analyse fondamentale.

On identifie aussi parfois deux points additionnels de transition qui sont définis comme suit.

- Température de première déviation (T_o) en °C – Point où l'on observe la première déviation par rapport à la droite tirée en prolongement de la ligne de base avant la transition.
- Température de retour à la ligne de base (T_r) en °C – Point où l'on observe la dernière déviation par rapport à la ligne de base après la transition.

Dans l'optique de cette norme, on adopte T_m comme étant la température de transition vitreuse T_g , ce qui correspond généralement le mieux à la température de transition vitreuse déterminée par la méthode dilatométrique ou par une autre méthode.

NOTE 3 Les températures autres que celles définies ci-dessus peuvent être choisies pour les besoins de spécifications selon des accords passés par contrats individuels.

2.5

thermodilatométrie

technique par laquelle la dimension d'une éprouvette est mesurée en fonction de la température sous une charge négligeable, alors que la matière est soumise à une température selon un programme déterminé

2.6

analyse thermomécanique

TMA

technique par laquelle la déformation d'une éprouvette est mesurée en fonction de la température sous une charge non oscillante, alors que l'éprouvette est soumise à une température selon un programme déterminé

2.7

analyse mécanique dynamique

DMA

technique selon laquelle le module élastique de conservation et/ou le module de perte d'une substance soumise à un déplacement ou une charge vibratoire est (sont) mesuré(s) en fonction de la température, de la fréquence ou du temps, ou de toute combinaison de ces facteurs

2.8

module de conservation complexe

valeur complexe égale au rapport entre les contraintes mécaniques et la déformation mécanique en régime sinusoïdal

2.4**differential thermal analysis****DTA**

technique in which the temperature difference between a tested material and a reference material is measured as a function of temperature while the common environment of the tested material and the reference material is subjected to a controlled temperature programme

NOTE 1 The record is the differential thermal analysis or DTA curve.

NOTE 2 There are four characteristic transition points associated with a glass transition (see Figure 1).

- Extrapolated onset temperature (T_i) in °C – The point of intersection of the tangent drawn at the point of greatest slope on the transition curve with the extrapolated baseline prior to the transition.
- Extrapolated endset temperature (T_e) in °C – The point of intersection of the tangent drawn at the point of greatest slope on the transition curve with the extrapolated baseline following the transition.
- Midpoint temperature (T_m) in °C – The point on the thermal curve corresponding to half the heat flow difference between the extrapolated onset and extrapolated endset.
- Inflection temperature (T_i) in °C – The point on the thermal curve corresponding to the peak of the first derivative (with respect to temperature) of the parent thermal curve. This point corresponds to the inflection point of the parent thermal curve.

Two additional transition points are sometimes identified and are defined.

- Temperature of first deviation (T_o) in °C – The point of first detectable deviation from the extrapolated baseline prior to the transition.
- Temperature of return-to-baseline (T_r) in °C – The point of last deviation from the extrapolated baseline beyond transition.

For the purpose of this standard T_m will be taken as the glass transition temperature T_g which usually corresponds more closely to the transition determined by the dilatometric and other methods.

NOTE 3 Other temperatures than those previously defined can be used for specification purposes as established by individual contract.

2.5**thermodilatometry**

technique in which a dimension of a test specimen under negligible load is measured as a function of temperature whilst the substance is subjected to a controlled temperature programme

2.6**thermomechanical analysis****TMA**

technique in which a deformation of a test specimen under non-oscillatory load is measured as a function of temperature whilst the test specimen is subjected to a controlled temperature programme

2.7**dynamic mechanical analysis****DMA**

technique in which either the storage elastic or loss modulus, or both, of a substance under oscillatory load or deformation is measured as a function of temperature, frequency or time, or combination thereof

2.8**complex storage modulus**

complex quantity equal to the ratio of mechanical stress to mechanical strain under sinusoidal conditions

2.9

module élastique (de conservation)

partie mathématiquement réelle du module de conservation. Mesurage quantitatif des propriétés élastiques définies comme le rapport entre la contrainte en phase avec la déformation et l'amplitude de cette déformation

2.10

module de perte

partie mathématiquement imaginaire du module de conservation. Mesurage quantitatif de la dissipation d'énergie définie comme le rapport entre la contrainte déphasé de 90° par rapport à la déformation oscillatoire et l'amplitude de cette déformation

2.11

facteur de dissipation mécanique

rapport entre le module de perte et le module élastique de conservation

NOTE Si, par exemple, un matériau est soumis à une déformation linéaire vibratoire sinusoïdale forcée ε d'amplitude constante, la contrainte mécanique σ du matériau est alors déterminée par la formule suivante:

$$\sigma = \underline{E} \varepsilon = (E' + i E'') \varepsilon$$

où

$\underline{E}$ est le module de conservation complexe;

E' est le module de conservation (dans ce cas, le module d'élasticité);

E'' est le module de perte;

i est la racine carrée du nombre moins un.

Le facteur de dissipation mécanique est égal à E''/E' .

3 Intérêt d'une méthode

La température de transition vitreuse dépend très fortement du passé thermique de la structure du matériau soumis aux essais.

Pour les matériaux amorphes et semi-cristallins, la détermination de la température de transition vitreuse peut fournir d'importantes informations sur leur passé thermique, leurs conditions de mise en œuvre, leur stabilité, l'avancement des réactions chimiques et leur comportement mécanique ou électrique.

La température de transition vitreuse peut être utilisée, par exemple, comme indication du degré de polymérisation des matériaux thermodurcissables. Normalement la température de transition vitreuse des matériaux thermodurcissables s'élève avec une augmentation du durcissement. Sa détermination est utile pour l'assurance qualité, pour la conformité à des spécifications et pour la recherche.

4 Méthodes d'essai

La présente norme décrit trois méthodes pour déterminer la température de transition vitreuse. Elles sont basées sur l'utilisation d'appareils disponibles dans le commerce et capables d'opérer dans une plage de températures caractéristique de -100 °C à +500 °C.

Selon la composition spécifique du matériau, sa structure ou son état physique, etc., il se peut qu'une méthode soit plus adaptée que les autres pour délimiter la transition vitreuse.

Il convient donc que le choix de la méthode se fasse en fonction de critères pratiques.

NOTE La transition vitreuse se produit dans un intervalle de température et on sait qu'elle est influencée par des phénomènes dépendant du temps, tels que la vitesse de chauffage ou de refroidissement. Pour ces raisons, il convient que seuls des résultats obtenus avec la même vitesse de chauffage soient comparés.

2.9**elastic (storage) modulus**

the mathematically real part of the complex storage modulus. A quantitative measurement of elastic properties defined as the ratio of the stress in-phase with oscillating strain to the magnitude of the strain

2.10**loss modulus**

the mathematically imaginary part of the complex storage modulus. A quantitative measure of energy dissipation defined as the ratio of stress 90° out of phase with oscillating strain to the magnitude of the strain

2.11**mechanical dissipation factor**

the ratio of the loss modulus to the storage elastic modulus

NOTE If, for instance, a material is subjected to forced, sinusoidally oscillating, linear strain ε of constant amplitude, then the mechanical stress σ in the material is determined by

$$\sigma = \underline{E} \varepsilon = (E' + i E'') \varepsilon$$

where

$\underline{E}$ is the complex storage modulus;

E' is the storage modulus (in this case the elastic modulus);

E'' is the loss modulus;

i is the square root of negative one.

The mechanical dissipation factor is equal to E''/E' .

3 Significance of a method

The glass transition temperature is highly dependent on the thermal history of the material structure to be tested.

For amorphous and semi-crystalline materials the determination of the glass transition temperature may provide important information about their thermal history, processing conditions, stability, progress of chemical reactions, and mechanical and electrical behaviour.

The glass transition temperature may be used, for example, as an indication of the degree of cure of thermoset materials. The glass transition temperature of thermoset materials normally increases with increasing cure. Its determination is useful for quality assurance, specification compliance and research.

4 Test methods

This standard describes three methods for the determination of the glass transition temperature. They are based on commercially available instruments, capable to operate in a typical temperature range of –100 °C to +500 °C.

One method may be more effective in the delineation of the transition than the others depending on the specific material composition, structure and physical state, etc.

Selection of the method should therefore be made according to practical criteria.

NOTE The glass transition takes place over a temperature range and is known to be affected by time dependent phenomena, such as the rate of heating (cooling). For these reasons only data gathered at the same heating rate should be compared.

La comparaison de températures de transition vitreuse mesurées avec des techniques différentes sera effectuée avec précaution.

5 Méthode A: Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC) et analyse thermique différentielle (DTA)

5.1 Généralités

- a) L'analyse enthalpique différentielle à balayage et l'analyse thermique différentielle sont des méthodes rapides pour déterminer des changements de chaleur massique d'un matériau.
- b) La transition vitreuse est indiquée par un changement endothermique des flux différentiels de chaleur résultant d'une modification de la chaleur spécifique du matériau.

5.2 Paramètres d'influence

Une augmentation ou une diminution de la vitesse de chauffage par rapport aux valeurs prescrites peut modifier les résultats.

La présence d'additifs et/ou d'impuretés affectera la température de transition tout particulièrement si les impuretés tendent à former un mélange homogène ou si elles sont miscibles dans la phase de post-transition. Si la dimension des granulés a un effet sur la mesure de la température de transition, il convient que les éprouvettes à comparer présentent approximativement la même granulométrie. L'évaporation de produits volatiles (par exemple de l'eau) pendant la mesure peut également influencer les résultats.

Dans certains cas, le matériau constituant les éprouvettes peut réagir au contact de l'air au cours du cycle de températures, causant des erreurs dans la mesure de la température de transition.

Lorsque l'on a constaté de tels effets, il faut prendre la précaution de faire l'essai sous vide ou dans une enceinte remplie de gaz inerte. Comme certains matériaux se dégradent aux environs du point de transition vitreuse, on veillera à faire la distinction entre dégradation et transition.

Puisque l'on utilise des quantités de quelques milligrammes de matériau, il est essentiel de veiller à ce que les éprouvettes soient homogènes, représentatives, ainsi que de masse et de forme similaires.

5.3 Appareillage

On utilise un calorimètre différentiel à balayage (DSC) ou un analyseur thermodifférentiel (DTA) capable de chauffer (refroidir) à des vitesses allant au moins jusqu'à (20 ± 1) K/min et relevant automatiquement la différence d'apport de chaleur ou la différence de température entre le matériau essayé et un matériau de référence, avec la sensibilité et la précision prescrites.

NOTE Le DSC est celui qui est utilisé principalement.

Des capsules d'aluminium ou d'un autre métal de haute conductibilité sont utilisées pour maintenir les éprouvettes.

Pour faciliter la mesure, on peut utiliser un matériau de référence inerte avec une chaleur spécifique semblable à celle de l'éprouvette (par exemple oxyde d'aluminium).

De l'azote pur à 99,9 % ou un autre gaz inerte est utilisé pour protéger l'éprouvette de l'oxydation. Si des réactions oxydantes sont exclues, on peut aussi faire l'essai dans l'air. La pression du gaz sélectionné doit être constante.

Care should be taken in comparing the glass transition temperature reported by one technique with that of another.

5 Method A: By differential scanning calorimetry (DSC) or differential thermal analysis (DTA)

5.1 General

- a) Differential scanning calorimetry or differential thermal analysis provides a rapid method for determining changes in heat capacity in a material.
- b) The glass transition is indicated by an endothermic shift in the differential heat flow resulting from a change of the heat capacity of the material.

5.2 Interferences

An increase or decrease in heating rate from those specified may alter the results.

The presence of additives and/or impurities will affect the transition, particularly if an impurity tends to form solid solutions, or to be miscible in the post-transition phase. If particle size has an effect upon the transition temperature determined, the samples to be compared should be of approximately the same particle size. The loss of volatile components (e.g., water) during the measuring process may affect the results.

In some cases the material of the test specimens may react with air during the temperature cycle, causing an incorrect transition to be measured.

Where it has been shown that this effect is present, provision shall be made for running the test under vacuum or an inert gas blanket. Since some materials degrade near the transition region, care should be used to distinguish between degradation and transition.

Since milligram quantities of material are used, it is essential to ensure that test materials are homogeneous, representative and of similar mass and shape.

5.3 Apparatus

A differential scanning calorimeter (DSC) is used or a differential thermal analyzer (DTA) capable of heating (cooling) at rates up to at least (20 ± 1) K/min, and of automatically recording differential heat flow or differential temperature between the tested material and a reference material, to the required sensitivity and precision.

NOTE DSC is the main used one.

Aluminium or other metal pans of high thermal conductivity are used as test specimen holders.

For ease of operation an inert reference material with a heat capacity approximately equivalent to the test specimen may be used (e.g. aluminium oxide).

Nitrogen of 99,9 % purity or other inert gas supply is used for blanketing the test specimen. If oxidative reactions are excluded, air can also be used. The pressure of the selected gas shall be constant.

Le point de rosée du gaz choisi doit se trouver au-dessous de la température d'essai la plus basse.

5.4 Etalonnage

Tout en suivant les instructions du fournisseur de l'appareil, étalonner l'axe de température de l'instrument à l'aide d'un ou de plusieurs matériaux de référence standards cités ci-après. Les matériaux de référence doivent être d'une pureté supérieure ou égale à 99,9 % et doivent être choisis en fonction de la zone de température considérée. L'étalonnage de ces matériaux doit se faire avec la même vitesse de chauffage, le même gaz de protection et le même débit de gaz que ceux qui sont prévus pour les éprouvettes.

Pour de nombreux essais on peut utiliser les matériaux de référence présentant les points de fusion suivants:

<i>Matériaux de référence</i>	<i>Point de fusion (°C)</i>
Mercur	–38,9 [1] ¹
Gallium	+29,8
Indium	+156,6 [1]
Etain	+232,0 [1]
Plomb	+327,5 [1]
Zinc	+419,6 [1]

NOTE Il convient que les températures du point de fusion indiquées ci-dessus correspondent à la température initiale extrapolée (voir 2.4) de la courbe d'analyse dans le cas d'analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC) et au pic de fusion endothermique dans le cas d'analyse thermique différentielle (DTA), lorsque le capteur de températures est logé à l'intérieur de l'éprouvette.

5.5 Précautions

Cette norme peut impliquer l'usage de matériaux, de procédures ou d'appareils présentant un certain danger. L'utilisateur de cette norme a donc la responsabilité de prendre les mesures nécessaires de sécurité et de s'enquérir, s'il y a lieu, des limitations légales avant son utilisation.

5.6 Eprouvettes

- Eprouvettes en poudre ou en grains – Eviter de broyer l'éprouvette si un cycle thermique préliminaire, tel qu'il est décrit en 5.7, n'est pas effectué. Le broyage – ou des techniques semblables – utilisé pour réduire les dimensions introduit souvent des effets thermiques par suite de frottement ou d'orientation des particules, ou les deux, et modifie ainsi le passé thermique de l'éprouvette.
- Eprouvettes moulées ou en granulés – Couper les éprouvettes avec un microtome, une lame de rasoir, un poinçon hypodermique, un emporte-pièce à papier ou un perce-bouchon (diamètre n° 2 ou 3) à une dimension appropriée, en épaisseur ou en diamètre et longueur qui corresponde le mieux au support d'éprouvette et se rapproche du poids désiré pour la suite de l'essai.
- Eprouvettes sous forme de films ou de feuilles – Pour les films d'épaisseur supérieure à 0,04 mm. Pour les films plus minces, couper des bandes s'adaptant aux supports d'éprouvette ou étamper des rondelles si on utilise des capsules circulaires.
- Eprouvettes liquides – Les résines thermodurcissables liquides catalysées peuvent être polymérisées directement dans la capsule porte-éprouvette.

NOTE Il convient de noter tout traitement mécanique ou conditionnement thermique.

¹ Les chiffres entre crochets renvoient à la bibliographie.

The dew-point of the selected gas shall be below the lowest operating temperature.

5.4 Calibration

Following the instrument manufacturer's procedure calibrate the temperature axis of the instrument by using one or more of the standard reference materials given below. Reference materials shall have a minimum purity of 99,9 % and shall be selected according to the temperature range of interest. Calibration against these materials shall employ the same heating rate, purge gas and purge gas flow rate to be used for the test specimens.

For many test measurements, the following melting-point reference materials may be used:

<i>Reference material</i>	<i>Melting point (°C)</i>
Mercury	–38,9 [1] ¹
Gallium	+29,8
Indium	+156,6 [1]
Tin	+232,0 [1]
Lead	+327,5 [1]
Zinc	+419,6 [1]

NOTE The extrapolated onset (see 2.4) should be used as the melting-point temperature, as reported above, in differential scanning calorimetry, and the melting endothermic peak should be used as the melting-point temperature in differential thermal analysis in cases where the temperature sensor is located inside the test specimen.

5.5 Precautions

This standard may involve the use of hazardous materials, operations and equipment. It is the responsibility of whoever uses this standard to establish appropriate safety practices and to determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

5.6 Test specimens

- Powdered or granular test specimens – Avoid grinding if a preliminary thermal cycle as outlined in 5.7 is not performed. Grinding or similar techniques for size reduction often introduce thermal effects because of friction or orientation, or both, and thereby change the thermal history of the test specimen.
- Moulded or pelleted test specimens – Cut the test specimens with a microtome, razor blade, hypodermic punch, paper punch or cork borer (size No. 2 or 3) to appropriate size, in thickness or diameter and length that will best fit the test specimen holder and will approximate the desired mass in the subsequent procedure.
- Film or sheet test specimens – For films thicker than 0,04 mm. For thinner films, cut slivers to fit in the test specimen holder or punch disks, if circular test specimen pans are used.
- Liquid test specimens – Catalyzed liquid thermosetting resin can be directly cured in the test pan.

NOTE Any mechanical or thermal pre-treatment should be reported.

¹ Figures in square brackets refer to the bibliography.

5.7 Mode opératoire

- a) Utiliser une éprouvette de masse appropriée au matériau en essai. Dans la plupart des cas 10 mg à 20 mg sont suffisants. Une quantité du matériau de référence présentant une capacité thermique proche de celle de l'éprouvette doit être utilisée.
- b) Ouvrir l'amenée du gaz de purge prescrit en 5.3. Effectuer et enregistrer un premier cycle thermique jusqu'à une température suffisante pour effacer le passé thermique de l'éprouvette; l'essai est effectué à une température de (20 ± 1) K/min.
- c) Maintenir la température constante jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint (normalement 5 min à 10 min).
- d) Refroidir par trempe à une vitesse minimale de 20 K/min jusqu'à une température bien inférieure à la température de transition vitreuse attendue, généralement de 50 K en dessous.
- e) Maintenir la température constante jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint (normalement 5 min à 10 min).
- f) Réchauffer à une vitesse maximale de 20 K/min et enregistrer la courbe de chauffage jusqu'à ce que toutes les transitions recherchées se soient produites.

Les vitesses de chauffage doivent être notées.

NOTE Il est recommandé de réchauffer à une vitesse de 10 K/min conformément à l'ISO/FDIS 11403-2 [2]. Le fait d'augmenter la vitesse de chauffage donne lieu à des modifications plus grandes de la ligne de base, améliorant ainsi la détection. Dans le cas d'analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC), le signal est directement proportionnel à la vitesse de chauffage pour la mesure de la chaleur massique.

- g) Relever la température centrale T_m (°C) et la reporter comme température de transition vitreuse T_g .
- h) Il convient d'effectuer la mesure au minimum sur trois éprouvettes et de déterminer T_g en tant que moyenne de ces mesures.

5.8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comprendre les indications suivantes.

- L'identification et la description complètes du matériau en essai, y compris sa provenance et la référence du fabricant.
- La description de l'appareil utilisé pour l'essai.
- La forme de l'éprouvette, la méthode de sa préparation et tout préconditionnement.
- L'indication des dimensions, de la forme et du matériau du support de l'éprouvette. La vitesse de chauffage et de refroidissement.
- La description du procédé de calibrage de la température.
- L'identification de l'atmosphère de mesure, en déterminant pression et débit du gaz de purge, pureté et composition, y compris les taux d'humidité, s'il y a lieu.
- La température de transition vitreuse T_g déterminée.
- Toute réaction secondaire (par exemple réticulation, dégradation thermique, oxydation) doit être reportée et, si possible, identifiée.

5.7 Procedure

- a) Use a test specimen of appropriate mass for the material to be tested. In most cases 10 mg to 20 mg is satisfactory. An amount of reference material with a heat capacity closely matched to that of the test specimen shall be used.
- b) Initiate flow of purge gas according to 5.3. Perform and record an initial thermal cycle up to a temperature high enough to erase previous thermal history, testing at a rate of (20 ± 1) K/min.
- c) Hold temperature until a steady state is achieved (usually 5 min to 10 min).
- d) Quench cool at a minimum rate of 20 K/min to well below the transition temperature of interest, usually 50 K below.
- e) Hold temperature until a steady state is achieved (usually 5 min to 10 min).
- f) Reheat at a maximum rate of 20 K/min and record the heating curve until all desired transitions have been completed.

Heating rates shall be reported.

NOTE The recommended reheating rate is 10 K/min in accordance with ISO/FDIS 11403-2 [2]. Increasing the heating rate produces greater base line shifts thereby improving detectability. In the case of DSC, the signal is directly proportional to the heating rate for heat capacity measurements.

- g) Measure the mid-point temperature T_m (°C) and record it as T_g .
- h) Determination should be made on a minimum of three test specimens and T_g reported as the mean of the determinations.

5.8 Test report

The report shall include the following.

- Complete identification and description of the material tested, including source and manufacturer's code.
- Description of instrument used for the test.
- Form of test specimen, method of preparation and any pre-treatment.
- Statement of the dimensions, geometry and material of the test specimen holder and the heating and cooling rates.
- Description of temperature calibration procedure.
- Identification of the measurement atmosphere, gas pressure and flow rate, purity and composition, including humidity, if applicable.
- The measured T_g .
- Any side reactions (for example cross linking, thermal degradation, oxidation) shall also be reported and the reaction identified, if possible.

6 Méthode B: Analyse thermomécanique (TMA)

6.1 Généralités

Cette méthode permet de déterminer la température de transition vitreuse de matériaux en utilisant les procédures suivantes:

- Procédure B1 – Thermodilatométrie (expansion)

Cette procédure s'applique aux matériaux qui présentent suffisamment de rigidité tout au long de l'intervalle de température utilisé pour l'essai, pour que la sonde mécanique ne cause pas d'empreinte ni de compression notables sur l'éprouvette.

- Procédure B2 – Thermomécanique (pénétration)

Cette procédure s'applique aux matériaux qui présentent suffisamment de modification de la dureté dans l'intervalle de températures utilisé pour l'essai, pour que la sonde mécanique réalise une empreinte notable sur l'éprouvette. Elle peut ne pas être adaptée à des systèmes de matériaux fortement chargés.

Les deux procédures utilisent un analyseur thermomécanique ou un appareil semblable permettant de déterminer le mouvement d'une sonde mécanique s'appuyant sur une éprouvette, lorsque le matériau est chauffé avec une vitesse constante d'élévation de la température.

Le mouvement de la sonde mécanique est enregistré en fonction de la température.

La variation de la pente des courbes de déplacement de la sonde mécanique lors de l'expansion (procédure B1) ou lors de la pénétration (procédure B2) est utilisée pour déterminer la température de transition vitreuse.

La thermodilatométrie (procédure B1) donne une procédure rapide pour mesurer les variations dimensionnelles d'une éprouvette en fonction de la température sous une charge négligeable, alors que l'éprouvette est soumise à un programme de température donnée.

Une discontinuité du coefficient de dilatation thermique est associée à la transition vitreuse.

La procédure de pénétration (procédure B2) enregistre quant à elle la modification de la dureté d'une éprouvette sous charge en fonction de la température, alors que l'éprouvette est soumise à une température selon un programme déterminé.

Une discontinuité dans le déplacement de la sonde mécanique par rapport à la courbe de température est associée à la transition vitreuse.

6.2 Appareillage

L'appareillage est constitué d'un support dans lequel on peut placer l'éprouvette. Les variations de la longueur ou du module de compression de l'éprouvette sont détectées par le mouvement d'une sonde mécanique.

La forme et la dimension de la sonde mécanique doivent être telles que la charge appliquée sur l'éprouvette par la sonde mécanique ne cause pas d'empreinte ni de compression notables sur l'éprouvette (procédure B1) ou au contraire réalise une entaille sur l'éprouvette (procédure B2) dans l'intervalle de température considéré.

Pour la procédure B1, on utilise des sondes mécaniques plates et circulaires d'un diamètre de 2 mm à 5 mm.

Pour la procédure B2, on prescrit des sondes mécaniques hémisphériques de diamètre similaire ou inférieur.

6 Method B: By thermomechanical analysis (TMA)

6.1 General

This method covers the determination of the glass transition temperature of materials using the following techniques:

- Method B1 – Thermodilatometry (expansion mode)

This method is applicable to materials that exhibit sufficient rigidity over the test temperature range, so that no significant indentation or compression of the test specimen by the sensing probe occurs.

- Method B2 – Thermomechanical (penetration mode)

This method is applicable to materials that exhibit sufficient change in hardness over the test temperature range, so that significant indentation of the test specimen by the sensing probe occurs. It may not be applicable to highly filled systems.

Both techniques use a thermomechanical analyser or similar device to determine the movement of a probe positioned on a test specimen when the material is subjected to a constant heating rate.

The movement of the probe is recorded as a function of temperature.

The change in slope of the probe displacement curves in expansion mode (B1) or penetration (B2) is used to determine the transition temperature.

Thermodilatometry (Method B1) provides a rapid method to measure the change in dimension of a test specimen under negligible load as a function of temperature whilst the test specimen is subjected to a controlled temperature programme.

A discontinuity in the coefficient of thermal expansion is associated with the glass transition.

The penetration technique (Method B2) monitors instead the change in hardness of a test specimen under load as a function of temperature whilst the test specimen is subjected to a controlled temperature programme.

A discontinuity in the probe displacement versus temperature curve is associated with the glass transition.

6.2 Apparatus

Apparatus is composed with a test specimen holder into which the specimen can be placed. Changes in the length or in the compressive modulus of the specimen are sensed by the movement of a probe.

The shape and size of the probe shall be such that the load applied to the test specimen by the probe shall cause neither significant indentation nor significant compression of the test specimen (Method B1) or shall cause indentation of the test specimen (Method B2) within the temperature range of interest.

For Method B1, flat, circular probes whose diameter is 2 mm to 5 mm are used.

For Method B2, hemispherical probes of similar or lower diameter are required.

Les dispositifs suivants sont utilisés.

- Un dispositif pour détecter le mouvement de la sonde mécanique résultant de variations dans la longueur ou dans le module de compression de l'éprouvette et pour traduire ces mouvements en un signal convenable à un enregistreur ou à un système de traitement de données. Il convient que ce dispositif puisse fournir un signal électrique d'au moins 1 mV/ μ m de déplacement de la sonde à une sensibilité de ± 50 nm, avec la possibilité d'avoir une sensibilité moindre si nécessaire.
- Un dispositif pour enregistrer les variations de longueur (± 50 nm) de l'éprouvette ou la position de la sonde mécanique en fonction de la température ($\pm 0,1$ K) de l'éprouvette. Un enregistreur X-Y ou à déroulement de papier ayant une sensibilité de 1 μ m de déplacement de la sonde mécanique pour 1 cm d'avance du papier ou davantage est acceptable. Les instruments à relevé digital et traitement de données doivent être accompagnés d'un enregistreur analogique ou d'une imprimante appropriés.
- Un dispositif pour chauffer uniformément l'éprouvette avec une vitesse déterminée dans l'intervalle de température considéré. Il convient de prévoir un refroidissement du four et de l'éprouvette lorsque des essais doivent être faits aux environs de la température ambiante ou au-dessous de celle-ci. Une vitesse de chauffage et de refroidissement allant au moins jusqu'à 10 K/min est exigée.
- Des systèmes de mesure de la température de l'éprouvette.
- Un dispositif pour purger l'espace environnant l'éprouvette avec un gaz inerte sec tel que l'azote ou l'hélium, l'hélium ayant la préférence à cause de sa conductibilité thermique plus élevée. Le point de rosée du gaz choisi doit se trouver au-dessous de la température d'essai la plus basse.

6.3 Etalonnage

Tout en appliquant la même vitesse de chauffage, le même gaz de protection et le même débit de gaz que ceux qui sont prévus pour les éprouvettes, étalonner l'axe de température de l'instrument à l'aide d'un ou de plusieurs matériaux de référence de pureté supérieure à 99,9 % et correspondant à la zone de température entrant en ligne de compte.

Il convient que l'étalonnage de la température avec une précision de $\pm 1,0$ K se fasse en observant la pénétration extrapolée initiale d'une sonde mécanique sous une force de 50 mN dans un échantillon cristallisé du matériau de référence chauffé au-delà de son point de fusion avec la même vitesse de chauffage que l'éprouvette. Les matériaux de référence suivants peuvent être utilisés:

<i>Matériaux de référence</i>	<i>Point de fusion (°C)</i>
Mercure	–38,9 [1]
Gallium	+29,8
Indium	+156,6 [1]
Etain	+232,0 [1]
Plomb	+327,5 [1]
Zinc	+419,6 [1]

Il est recommandé que le dispositif de mesure et d'enregistrement des déplacements de la sonde mécanique soit étalonné en suivant les instructions du fournisseur de l'appareil et en utilisant des éprouvettes normalisées d'épaisseur connue. Dans ce but, des épaisseurs normalisées de 300 μ m à 600 μ m sont recommandées.

The following means are used.

- Means for sensing movement of the probe resulting from changes in length or modulus of the test specimen and for translating these movements into a signal suitable for input to a recorder or data processing system. The sensing element should be capable of producing an electrical output of at least 1 mV/ μm of probe movement to a sensitivity of ± 50 nm with provision for less sensitive ranges when needed.
- A means of recording changes in test specimen length (± 50 nm) or probe position as a function of test specimen temperature ($\pm 0,1$ K). X-Y or strip chart recorders that have sensitivities of 1 μm of probe deflection per centimetre of chart deflection or greater are acceptable. Instruments with digital and data processing require an appropriate plotter or printer plotter.
- A means for uniformly heating the test specimen at a predetermined rate over the temperature range of interest. Provisions should be made for pre-cooling the furnace and test specimen where near ambient or sub-ambient temperature measurements are to be made. Heating and cooling rates of up to at least 10 K/min are required.
- Means for measuring the temperature of the test specimen.
- A means of purging the test specimen environment with a dry inert gas, such as nitrogen or helium (the latter preferred due to its higher thermal conductivity). The dew-point of the selected gas shall be below the lowest operating temperature.

6.3 Calibration

Using the same heating rate, purge gas and purge gas flow rate used for test specimens, calibrate the instrument temperature axis using one or more >99,9 % pure standard reference materials, covering the temperature range of interest.

Temperature calibration to $\pm 1,0$ K should be achieved by observing the penetration extrapolated onset by a 50 mN loaded probe on a crystalline specimen of the reference material when heated through its melting-point at the same rate as the test specimen. The following reference materials may be used.

Reference material	Melting point ($^{\circ}\text{C}$)	
Mercury	-38,9	[1]
Gallium	+29,8	
Indium	+156,6	[1]
Tin	+232,0	[1]
Lead	+327,5	[1]
Zinc	+419,6	[1]

The probe displacement measuring and recording system should be calibrated using the procedure recommended by the instrument manufacturer using standard test specimens of known thickness. For the purpose of the procedure, standard thicknesses of 300 μm to 600 μm are recommended.

6.4 Précautions

Cette norme peut impliquer l'usage de matériaux, de procédures ou d'appareils présentant un certain danger. L'utilisateur de cette norme a donc la responsabilité de prendre les mesures nécessaires de sécurité et de s'enquérir, s'il y a lieu, des limitations légales avant son utilisation.

6.5 Epreuves

Les épreuves peuvent être analysées à l'état de réception ou après préconditionnement. Si un conditionnement est appliqué à l'épreuve avant l'analyse, ce traitement doit être noté dans le procès-verbal d'essai.

L'épaisseur préférentielle des épreuves est de 1 mm à 3 mm. D'autres épaisseurs en dehors de cette plage peuvent être utilisées mais elles doivent être notées. Une épaisseur de moins de 5 µm n'est pas recommandée. On préfère les épreuves avec des surfaces parallèles lisses.

6.6 Mode opératoire

Placer l'épreuve de 1 mm à 3 mm d'épaisseur dans le support en dessous de la sonde mécanique. Le capteur de température de l'épreuve est mis en contact avec l'épreuve ou le plus près possible de celle-ci, selon les instructions du fournisseur de l'appareil. Choisir une sonde mécanique selon 6.2.

Des matériaux mous peuvent présenter un enfoncement au-dessus de la température de transition vitreuse T_g . Dans ce cas, et si on travaille en expansion (procédure B1), il pourra s'avérer nécessaire de placer une fine rondelle de métal supplémentaire (par exemple en aluminium) entre la sonde mécanique et la surface supérieure de l'épreuve pour augmenter, de fait, le diamètre de la sonde et empêcher ainsi toute pénétration indue.

Déplacer le four pour enfermer le porte-échantillon. Ouvrir l'amenée du gaz inerte sec avant de refroidir ou de chauffer l'épreuve. Si les mesures doivent être faites aux environs de la température ambiante ou au-dessous de celle-ci, refroidir le four et l'épreuve jusqu'à au moins 30 K au-dessous de la température la plus basse considérée. Il est recommandé que le réfrigérant utilisé pour le refroidissement n'entre pas en contact direct avec l'épreuve s'il n'est pas identique au gaz de purge.

Procédure B1: Appliquer une force de 5 mN à 10 mN sur la sonde mécanique pour s'assurer qu'elle est bien en contact avec l'épreuve. On peut utiliser d'autres forces, mais elles doivent être notées dans le procès-verbal d'essai.

Procédure B2: Appliquer une charge de 50 mN à 1 000 mN sur la sonde mécanique.

Choisir la sensibilité appropriée de l'enregistreur.

NOTE Un essai préliminaire sur une épreuve semblable peut être nécessaire pour déterminer la sensibilité adéquate.

Chauffer l'épreuve avec une vitesse de chauffage constante de (10 ± 1) K/min dans l'intervalle de température désiré. On peut utiliser d'autres vitesses de chauffage, mais elles doivent être notées dans le procès-verbal d'essai.

Une brusque variation de la pente de la courbe de déplacement de la sonde mécanique indique une transition dans le matériau, d'un état à un autre. La température correspondant au point situé à l'intersection de l'extrapolation des segments linéaires de la courbe (voir Figures 2 et 3) est considérée comme étant la température de transition vitreuse.

6.4 Precautions

This standard may involve the use of hazardous materials, operations and equipment. It is the responsibility of whoever uses this standard to establish appropriate safety practices and to determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

6.5 Test specimens

Test specimens can be analysed as received or after pre-treatment. If some conditioning is applied to the test specimen prior to the analysis, this treatment shall be noted in the report.

Preferred test specimen thickness is 1 mm to 3 mm. Thicknesses outside this range may be used but shall be reported. A thickness of less than 5 µm is not recommended. Test specimens with smooth parallel surfaces are preferred.

6.6 Procedure

Place a test specimen of 1 mm to 3 mm thickness in the test specimen holder under the probe. The test specimen temperature sensor is placed in contact with the test specimen or as near to the test specimen as possible (whichever is recommended by the instrument manufacturer). Select probe according to 6.2.

Soft materials can incur indentation above the glass transition temperature T_g . In such a case, if operating in expansion mode (Method B1), a supplementary thin metal disc (e.g. aluminium) may be required to be placed between the probe and the upper surface of the test specimen to effectively increase the probe diameter and thereby avoid undue penetration.

Move the furnace to enclose the test specimen holder. Start the dry inert purge gas before cooling or heating the test specimen. If measurements near ambient or sub-ambient temperatures are to be made, cool the test specimen and furnace to at least 30 K below the lowest temperature of interest. The refrigerant used for cooling should not come into direct contact with the test specimen if it is not identical with the purge gas.

Method B1: Apply a force of 5 mN to 10 mN to the sensing probe to ensure that the probe is in contact with the test specimen. Other loads may be used but shall be noted in the report.

Method B2: Apply a load of 50 mN to 1 000 mN to the sensing probe.

Select an appropriate sensitivity setting on the recorder.

NOTE Pre-analysis on a similar test specimen may be necessary to provide this information.

Heat the test specimen at a constant heating rate of (10 ± 1) K/min over the desired temperature range. Other heating rates may be used but shall be noted in the report.

An abrupt change in the slope of the displacement curve indicates a transition of the material from one state to another. The projected temperature from the intersection of the extrapolated linear portions of the curve (see Figures 2 or 3) is used as the transition temperature.

Si des contraintes résiduelles sont apparentes (inflexion irréversible et subite de la courbe près de la transition vitreuse), il convient d'arrêter le chauffage environ 20 K au-dessus de cette température. On ramène alors la température à la valeur initiale et l'essai est répété. La température de transition vitreuse déterminée au cours de ce second essai est rapportée dans le procès-verbal conjointement avec le traitement thermique subi (voir Figure 4).

Il convient que la mesure soit faite au minimum sur trois éprouvettes et T_g rapporté en tant que moyenne de ces mesures. Les résultats obtenus en répétant l'essai sur quelques éprouvettes ne doivent pas être considérés comme étant des essais indépendants sur des éprouvettes neuves.

6.7 Calculs

Déterminer la température de transition vitreuse de la façon suivante.

- Construire la tangente à la courbe d'expansion ou de pénétration en dessous de la température de transition.
- Construire la tangente à la courbe d'expansion ou de pénétration au-dessus de la température de transition.
- La température du point d'intersection de ces deux tangentes est notée dans le procès-verbal d'essai comme température de transition vitreuse (T_g).

6.8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comprendre les indications suivantes.

- La désignation du matériau, y compris le nom du fabricant ainsi que les informations sur le numéro du lot et la composition chimique, s'ils sont connus.
- Les méthodes d'essai, la préparation des éprouvettes y compris toutes les contraintes mécaniques, thermiques ou ambiantes subies.
- L'orientation des éprouvettes par rapport à la pièce d'origine et la direction et l'orientation des fibres de renforcement si on essaie un matériau composite.
- Les dimensions de l'éprouvette.
- La température de transition vitreuse (T_g).
- La description de l'appareillage d'analyse thermomécanique utilisé.
- Le gaz de purge, son débit et le milieu réfrigérant, si utilisé.
- Les détails de la forme de la sonde mécanique et de la charge utilisées.
- Les courbes de déplacement de la sonde mécanique relevées.
- La vitesse de chauffage.

7 Méthode C: Analyse mécanique dynamique (DMA)

7.1 Généralités

Cette méthode concerne la détermination de la température de transition vitreuse des matériaux isolants électriques solides par analyse mécanique dynamique.

Une éprouvette de forme définie est soumise à des oscillations mécaniques, soit à la fréquence de résonance propre, soit à une fréquence déterminée. Le facteur de dissipation mécanique du module d'élasticité de l'éprouvette est mesuré en fonction de la température (en conditions isothermiques ou en température variable). La courbe représentant le facteur de dissipation mécanique donne une indication des caractéristiques visco-élastiques de l'éprouvette. Des changements rapides des propriétés visco-élastiques à une température particulière sont généralement appelés «zones de transition».

If residual stresses are evident (a sudden irreversible deflection near the glass transition), the heating should be stopped about 20 K above this temperature. The temperature is then returned to the initial conditions and the run repeated. The glass transition determined on this second run is reported along with the supplied heat treatment (see Figure 4).

Determination should be made on a minimum of three test specimens and T_g reported as the mean of the determinations. Results obtained by retesting some test specimens shall not be treated as an independent test of a new test specimen.

6.7 Calculations

Determine the glass transition temperature as follows.

- a) Construct a tangent to the expansion or to the penetration curve below the transition temperature.
- b) Construct a tangent to the expansion or to the penetration curve above the transition temperature.
- c) The temperature at which these lines intersect is reported as the glass transition temperature (T_g).

6.8 Test report

The report shall include the following.

- Designation of the material including the name of the manufacturer and information on lot number and chemical composition when known.
- Method of test, test specimen preparation including any mechanical, thermal or environmental exposure.
- Test specimen orientation with respect to the original part or the direction of the oriented fibre fillers if a composite material is tested.
- Dimensions of the test specimen.
- Glass transition temperature (T_g).
- Description of the thermomechanical analytical apparatus used.
- Purge gas, flow rate and cooling medium if used.
- Details of probe shape and load used.
- Probe displacement curves obtained.
- Heating rate.

7 Method C: By dynamic mechanical analysis (DMA)

7.1 General

This method covers the determination of the glass transition temperature of solid electrical insulating materials using dynamic mechanical analyzers.

A test specimen of known geometry is placed in mechanical oscillation either at fixed or natural resonant frequencies. The elastic modulus mechanical dissipation factor of the test specimen is measured as a function of temperature (either isothermally or with variable temperature). A plot of the mechanical dissipation factor is indicative of the visco-elastic characteristics of the test specimen. Rapid changes in visco-elastic properties at a particular temperature are normally referred to as transition regions.

NOTE La méthode particulière de mesure du facteur de dissipation mécanique dépend du principe de fonctionnement de l'appareil utilisé.

Ces méthodes s'adressent tout particulièrement aux matériaux ayant un module d'élasticité compris entre 0,5 MPa et 100 GPa. Cette plage peut être élargie, suivant les appareils utilisés.

7.2 Paramètres d'influence

Une augmentation ou une diminution de la vitesse de chauffage par rapport aux valeurs prescrites peut modifier les résultats.

La température de transition est fonction de la fréquence expérimentale. Par conséquent, il faut que la fréquence des oscillations soit toujours spécifiée. (La température de transition augmente avec la fréquence.) On peut extrapoler une fréquence de référence en utilisant un facteur de décalage de fréquence prédéterminé. Pour les besoins de cet essai, la température de transition doit être mesurée (ou notée) à 1 Hz.

Pendant l'essai, il convient de prendre toutes les dispositions nécessaires pour que la dilatation thermique ne provoque pas le flambage de l'éprouvette bloquée dans son support.

7.3 Méthodes et appareillage

7.3.1 Appareillage

L'appareillage sert à maintenir une éprouvette de section uniforme, de sorte que cette éprouvette agit comme l'élément élastique et dissipatif d'un système mécanique vibratoire.

Les appareils de ce type sont couramment appelés analyseurs mécaniques dynamiques.

7.3.2 Méthodes

- Systèmes à résonance
 - Oscillation libre décroissante en torsion
 - Oscillation forcée à amplitude constante
 - Oscillation en flexion
- Systèmes non résonnants, fréquence constante
 - Oscillation forcée en torsion, à amplitude constante
 - Oscillation forcée en traction, à amplitude constante
 - Oscillation forcée en compression, à amplitude constante
 - Oscillation en flexion, forcée, à amplitude constante

NOTE Pour les systèmes à résonance, la fréquence d'oscillation dépend des propriétés de l'éprouvette et de la température.

7.3.3 Composition de l'appareillage

L'appareillage doit comprendre les éléments suivants.

- Des attaches – Un dispositif de fixation qui empêche l'échantillon de glisser.
- Un dispositif de déformation par oscillation – Ce dispositif permet d'exercer sur l'éprouvette une déformation par oscillation. Cette déformation peut être appliquée puis annulée, comme dans les dispositifs à vibrations propres, ou appliquée en permanence, comme dans des dispositifs à vibrations forcées.

NOTE The particular method for measurement of the mechanical dissipation factor depends upon the operating principle of the instrument used.

These methods are typically intended for materials having an elastic modulus in the range of 0,5 MPa to 100 GPa. This modulus range may be extended depending upon the instrumentation used.

7.2 Interferences

Increase or decrease in heating rate from those specified may alter results.

The transition temperature is a function of the experimental frequency; therefore the frequency of oscillation must always be specified. (The transition temperature increases with increasing frequency.) Extrapolation to a reference frequency may be accomplished using a pre-determined frequency shift-factor. For the purpose of this test, the transition temperature shall be measured (or reported) at 1 Hz.

Care should be taken so that buckling of the clamped test specimen due to thermal expansion does not occur during the test.

7.3 Methods and apparatus

7.3.1 Apparatus

The function of the apparatus is to hold a test specimen of uniform cross-section, so that the test specimen acts as the elastic and dissipative element in a mechanically oscillated system.

Instruments of this type are commonly called dynamic mechanical analyzers.

7.3.2 Methods

- Resonant systems
 - Freely decaying torsional oscillation
 - Forced, constant amplitude oscillation
 - Flexural oscillation
- Non-resonant systems, fixed frequency
 - Forced, constant amplitude, torsional oscillation
 - Forced, constant amplitude, tensile oscillation
 - Forced, constant amplitude, compressive oscillation
 - Forced, constant amplitude, flexural oscillation

NOTE For resonant systems the frequency of oscillation is a function of the properties of the test specimen and is dependent on temperature.

7.3.3 Composition of the apparatus

All apparatus shall comprise the following.

- Clamps – A clamping arrangement that permits gripping of the test specimen without slipping.
- Oscillatory deformation (strain) – A device for applying an oscillatory deformation (strain) to the test specimen. The deformation (strain) may be applied and then released, as in free-vibration devices, or continuously applied, as in forced-vibration devices.

- Des capteurs – Dispositif(s) servant à déterminer des paramètres expérimentaux indépendants ou non, comme la déformation (contrainte), la fréquence d'oscillation et la température. Il convient de mesurer la température avec une précision de 0,5 K, la fréquence à ± 1 % et les forces à ± 1 %.
- Un régulateur de température et un four – Dispositif servant à contrôler la température de l'éprouvette, en chauffant (par paliers ou rampes), en refroidissant (par paliers ou rampes) ou en maintenant un environnement isotherme.
- Une alimentation en azote ou autre gaz inerte pour les opérations de purge.
- Un pied à coulisse ou un autre dispositif de mesure de longueur capable de mesurer les dimensions de l'éprouvette avec une précision de ± 1 %.

7.4 Etalonnage

- Eau glacée 0,0 °C
- Indium 156,6 °C

7.4.1 Température

En appliquant la même vitesse de chauffage, le même programme de rampe ou la même température isotherme que ceux prévus pour les éprouvettes, étalonner la mesure de température de l'instrument en suivant les instructions du fournisseur de l'appareil, à l'aide de l'une des substances mentionnées ci-dessus (ou des deux).

7.4.2 Autres paramètres

Pour les autres paramètres utilisés pour la détermination du module et du facteur de dissipation, l'étalonnage doit être effectué conformément aux recommandations du fabricant.

7.5 Précautions

Des effluents toxiques et/ou corrosifs peuvent apparaître lorsqu'on chauffe l'éprouvette à une température proche de son point de décomposition. Ces effluents peuvent être dangereux pour le personnel ou les instruments.

7.6 Eprouvettes

Les dimensions ou la forme des éprouvettes d'essai doivent être conformes aux recommandations du fabricant de l'appareil.

Lorsqu'on utilise un petit nombre d'éprouvettes, il est essentiel que les éprouvettes utilisées soient représentatives du matériau.

En raison du grand nombre d'appareils d'analyse mécanique dynamique, la taille des éprouvettes n'est pas fixée par l'usage. Dans de nombreux cas, une éprouvette de 0,75 mm × 10 mm × 50 mm se révèle pratique et adéquate.

NOTE Il est important de choisir une éprouvette dont la taille est compatible avec le module du matériau soumis à l'essai et avec les capacités de l'appareil de mesure. Par exemple, on choisira des éprouvettes épaisses pour les matériaux à bas module et des éprouvettes minces pour les matériaux à haut module.

7.7 Mode opératoire

- Mesurer la longueur, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette avec une précision de ± 1 %.
- L'amplitude de déformation maximale doit être comprise dans la plage de visco-élasticité linéaire du matériau.

NOTE 1 Des déformations inférieures à 1 % sont recommandées.

- Detectors – A device or devices for determining dependent and independent experimental parameters such as force (stress), deformation (strain), frequency of oscillation, and temperature. Temperature should be measurable with an accuracy of 0,5 K, frequency to ± 1 % and force to ± 1 %.
- Temperature controller and oven – A device for controlling the test specimen temperature either by heating (in steps or ramps), cooling (in steps or ramps) or maintaining a constant temperature environment.
- Dry nitrogen or other inert gas supply for purging purposes.
- Calipers or other length-measuring device capable of measuring to an accuracy of ± 1 % of the test specimen dimension.

7.4 Calibration

- Ice water 0,0 °C
- Indium 156,6 °C

7.4.1 Temperature

Using the same heating rate, ramp temperature schedule or isothermal temperature used for test specimens, calibrate the instrument temperature axis, using the instrument manufacturer's procedures with either or both of the above mentioned substances.

7.4.2 Other parameters

For other parameters used in the determination of modulus and dissipation factor, calibration shall be conducted in accordance with the manufacturer's recommendation.

7.5 Precautions

Toxic or corrosive effluents, or both, may be released when heating the test specimen near its decomposition point and can be harmful to personnel or to the apparatus.

7.6 Test specimens

The size or shape of the test specimens shall be in accordance with the instrument manufacturer's recommendation.

When small quantities of test specimens are used, it is essential that the test specimens be representative of the material.

Due to the numerous types of dynamic mechanical instruments, test specimen size is not fixed by this practice. In many cases, a test specimen of 0,75 mm $\times$ 10 mm $\times$ 50 mm is found to be usable and convenient.

NOTE It is important to select a test specimen size consistent with the modulus of the material under test and capabilities of the measuring apparatus. For example, thick test specimens may be suitable for measurement on materials of low modulus while thin test specimens may be required for materials of high modulus.

7.7 Procedure

- Measure the length, width and thickness of the test specimen to an accuracy of ± 1 %.
- Maximum strain amplitude shall be within the linear visco-elastic range of the material.

NOTE 1 Strains of less than 1 % are recommended.

- Choisir une fréquence d'essai aussi proche que possible de 1 Hz. Cette fréquence d'essai peut être constante ou variable, suivant l'appareil d'essai.

NOTE 2 Pour les besoins de cet essai, il convient que les résultats analytiques soient relevés à 1 Hz.

- Faire varier la température de l'éprouvette dans toute la plage concernée, de la température la plus basse à la température la plus haute, tout en mesurant ses propriétés élastiques et d'amortissement.

NOTE 3 Il convient que les essais réalisés dans une plage de températures donnée soient, de préférence, effectués par paliers successifs ou à une vitesse suffisamment faible pour permettre d'obtenir un équilibre thermique dans toute l'éprouvette. Le temps nécessaire pour atteindre cet équilibre dépendra de la masse de l'éprouvette en question et du mode de fixation. Des programmes de température d'une durée de 3 min à 5 min, avec des croissances de température de 1 K/min à 2 K/min, ou suivant des paliers échelonnés de 2 K à 5 K, se sont révélés parfaitement adéquats. On peut observer l'effet de la croissance de température en effectuant plusieurs essais à des vitesses différentes et en comparant les résultats.

NOTE 4 La précision requise pour la mesure de température dépendra de la vitesse de variation du facteur de dissipation mécanique en fonction de la température de l'éprouvette soumise à l'essai. Dans les zones de transition, l'expérience montre qu'il y a lieu que la température de l'éprouvette soit lue à $\pm 0,5$ K.

- Sauf indication contraire, trois éprouvettes doivent être soumises aux essais.

7.8 Calculs

Calculer la courbe du facteur de dissipation mécanique d'après les équations données dans le manuel utilisateur du fabricant de l'appareil. Tracer la courbe du facteur de dissipation mécanique en fonction de la température de l'éprouvette.

Pour la longueur, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette, prendre les valeurs moyennes mesurées.

La température correspondant au pic de la courbe du facteur de dissipation mécanique est la température de transition vitreuse (T_g) (voir Figure 5).

NOTE 1 La transition vitreuse apparaît dans une plage de températures dont on sait qu'elle est conditionnée par des phénomènes dépendant du temps comme la vitesse de chauffage et la fréquence d'oscillation. Pour ces raisons, seuls des résultats obtenus au terme du même programme de température et avec la même fréquence d'oscillation peuvent être comparés.

Pour les besoins de cet essai, la fréquence de référence est de 1 Hz.

NOTE 2 On peut utiliser un facteur de décalage de fréquence prédéterminé k pour comparer la valeur de T_0 à la valeur obtenue pour des fréquences différentes.

$$\theta_r = \theta_0 - k (\lg f_0 - \lg f_r) = \theta_0 - k \lg (f_0 / f_r)$$

où

θ_r est la température de transition vitreuse à f_r ;

θ_0 est la température de transition vitreuse mesurée à la fréquence observée;

k est le facteur de décalage de fréquence;

f_0 est la fréquence d'oscillation observée (Hz);

f_r est la fréquence de référence (Hz).

EXEMPLE:

Si le facteur de décalage de fréquence est égal à 8 K par décade de fréquence ($k = 8$ K), et si la température relevée est $\theta_0 = 100$ °C pour une fréquence observée $f_0 = 15$ Hz, on a alors pour $f_r = 1$ Hz:

$$\begin{aligned} \theta_r &= [100 - 8 \lg (15/1)] \text{ °C} \\ &= (100 - 8 \times 1,18) \text{ °C} \\ &= 90,6 \text{ °C} \end{aligned}$$

Calculer θ_r à 1 Hz pour obtenir T_g .

- Select the test frequency as close to 1 Hz as is practical. The test frequency may either be fixed or variable depending upon the test apparatus.

NOTE 2 For the purpose of this test, analytical results should be reported at 1 Hz.

- Vary the temperature of the test specimen from the lowest to the highest temperature of interest while measuring its elastic and damping properties.

NOTE 3 Preferably, tests conducted over a temperature range should be performed in incremental steps or at a rate slow enough to allow temperature equilibrium throughout the entire test specimen. The time to reach equilibrium will depend upon the mass of the particular test specimen and the gripping arrangement. Temperature programme rates of 1 K/min to 2 K/min or 2 K to 5 K step intervals held for 3 min to 5 min have been found suitable. The effect of heating rate may be observed by running test specimens at two or more rates and comparing the results obtained.

NOTE 4 The accuracy required of the temperature measurement will depend upon the rate of change of mechanical dissipation factor with the temperature of the test specimen being investigated. In transition regions, experience has indicated that the test specimen temperature should be read to $\pm 0,5$ K.

- Unless otherwise specified, three test specimens shall be tested.

7.8 Calculations

Calculate the mechanical dissipation factor profile using the equations provided by the instrument manufacturer's operating manual. Plot the mechanical dissipation factor profile as a function of the test specimen temperature.

Use the average measured values of the test specimen length, width and thickness.

Select the temperature at the maximum of the mechanical dissipation factor profile as the glass transition temperature (T_g) (see Figure 5).

NOTE 1 The glass transition takes place over a temperature range and is known to be affected by time dependent phenomena, such as the rate of heating and the frequency of oscillation. For these reasons only data gathered at the same temperature programme and frequency of oscillation can be compared.

For the purpose of this test, 1 Hz is taken as the reference frequency.

NOTE 2 Comparison of the value of T_g to that obtained at other frequencies may be accomplished through the use of a predetermined frequency shift factor k .

$$\theta_r = \theta_o - k (\lg f_o - \lg f_r) = \theta_o - k \lg (f_o / f_r)$$

where

θ_r is the glass transition temperature at f_r ;

θ_o is the glass transition temperature as measured at the observed frequency;

k is the frequency shift factor;

f_o is the observed frequency (Hz) of oscillation;

f_r is the reference frequency (Hz).

EXAMPLE:

If the frequency shift factor is 8 K per decade of frequency ($k = 8$ K) and the observed temperature is $\theta_o = 100$ °C with an observed frequency $f_o = 15$ Hz, then at $f_r = 1$ Hz:

$$\begin{aligned}\theta_r &= [100 - 8 \lg (15/1)] \text{ °C} \\ &= (100 - 8 \times 1,18) \text{ °C} \\ &= 90,6 \text{ °C}\end{aligned}$$

Calculate θ_r at 1 Hz and report it as T_g .

7.9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comprendre les indications suivantes.

- L'identification et la description complètes du matériau en essai, y compris sa provenance et le code du fabricant.
- L'identification de la méthode d'essai, par exemple oscillation en torsion en décroissance libre (voir 7.2).
- Les dimensions de l'éprouvette.
- La description du procédé d'étalonnage.
- L'identification de l'atmosphère de mesure: débit, pureté et composition du gaz.
- La description détaillée du conditionnement de l'éprouvette avant l'essai. Tout traitement thermique appliqué à l'éprouvette pour obtenir une forme propice à l'analyse doit être mentionné dans le rapport.
- Le programme de température, mentionnant les températures initiale et finale, de même que la vitesse de variation linéaire de température ou l'amplitude et la durée des paliers de température.
- Les données expérimentales initiales.
- Le nombre d'éprouvettes soumises à l'essai.
- Les équations utilisées pour obtenir la courbe du facteur de dissipation mécanique.
- Le tracé de la courbe du facteur de dissipation mécanique en fonction de la température de l'éprouvette.
- Il convient que le facteur de dissipation mécanique soit porté en ordonnée avec déflexion croissante à mesure que l'amortissement croît. Il est recommandé que l'axe des ordonnées soit clairement identifié, avec indication du titre et des unités de mesure.
- Il convient que la température soit portée en abscisse, par valeurs croissantes de gauche à droite. Il est recommandé que l'axe des abscisses soit clairement identifié, avec indication du titre et des unités de mesure.
- La valeur moyenne de T_0 à 1 Hz.

Pour les mesures effectuées à une fréquence différente de 1 Hz, noter la température observée initiale (θ_0), la fréquence d'oscillation (f_0) et le facteur de décalage de fréquence utilisé (k).

7.9 Test report

The report shall include the following.

- Complete identification and description of the material tested including source and manufacturer's code.
- Identification of the test method, e.g., freely decaying torsional oscillation (see 7.2).
- Dimensions of the test specimen.
- Description of the calibration procedure.
- Identification of the measurement atmosphere by gas composition, purity and rate used.
- Details of the test specimen conditioning prior to test. If some heat treatment is applied to the specimen to obtain this preferred analytical form, this treatment should be noted in the report.
- Temperature programme including initial and final temperatures as well as rate of linear temperature change or size and duration of temperature steps.
- Original experimental data.
- Number of test specimens tested.
- Equations used to obtain the mechanical dissipation factor profile.
- Plot of the mechanical dissipation factor versus test specimen temperature.
- The mechanical dissipation factor should be plotted on the ordinate with upward deflections as increase in damping. The ordinate should be clearly labelled with title and units of measurement.
- The temperature should be plotted on the abscissa increasing from the left to the right. The abscissa should be clearly labelled with title and units of measurements.
- Mean value of T_g at 1 Hz.

For measurements made at some frequency other than 1 Hz, report the original observed temperature (θ_o), the frequency of oscillation (f_o) and the frequency shift factor used (k).

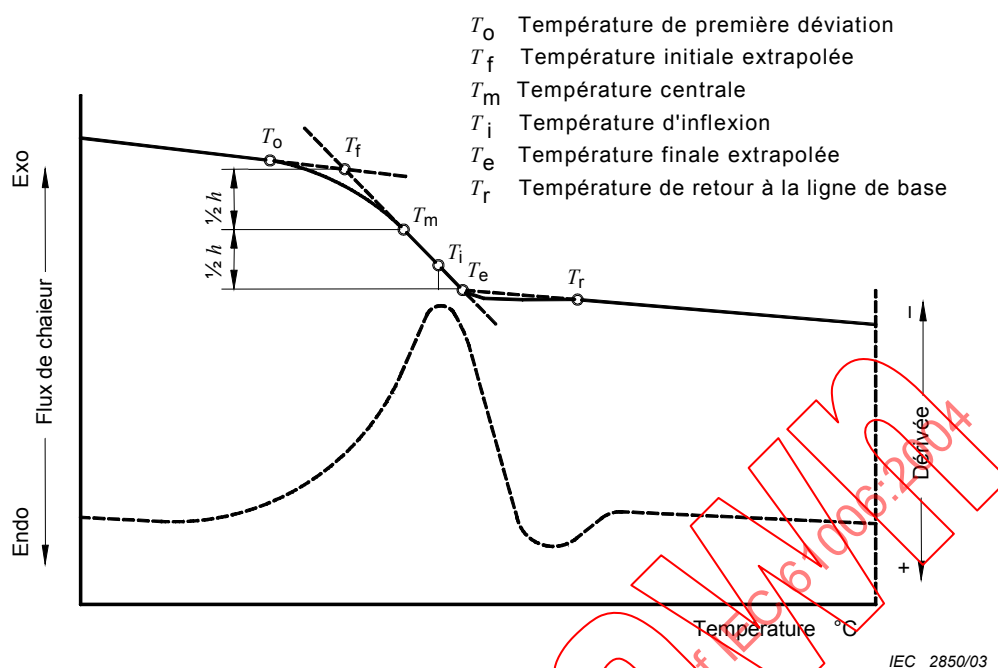


Figure 1 – Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC): points de transition caractéristiques associés à la transition vitreuse

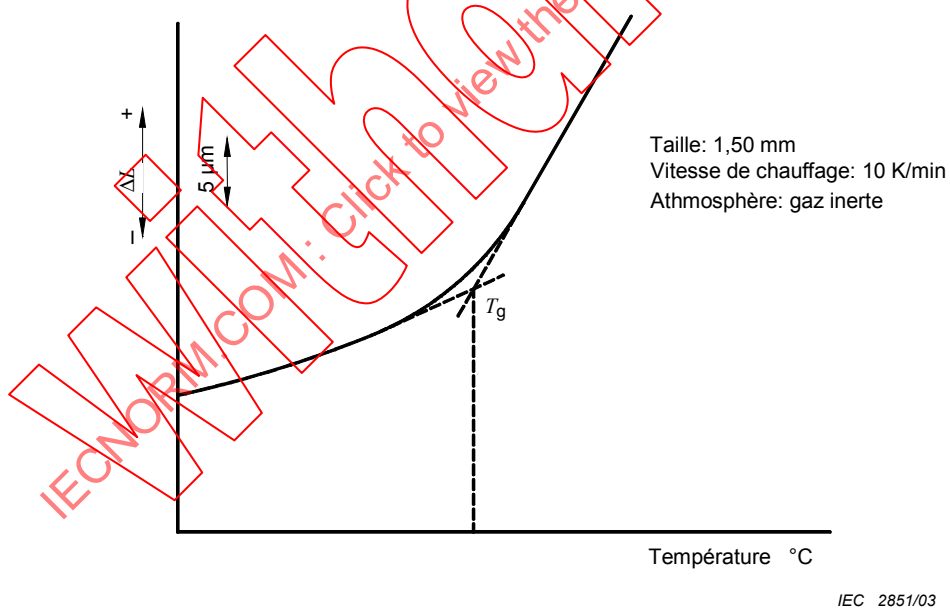


Figure 2 – Analyse thermomécanique (TMA) (Expansion): détermination de la température de transition vitreuse T_g