

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1006**

Première édition
First edition
1991-08

**Méthodes d'essai pour la détermination
de la température de transition vitreuse
des matériaux isolants électriques**

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



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1006: 1991

Numéros des publications

Depuis le 1^{er} janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications 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.

Validité de la présente publication

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 la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. 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.

Validity of this publication

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 the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

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 to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1006**

Première édition
First edition
1991-08

**Méthodes d'essai pour la détermination
de la température de transition vitreuse
des matériaux isolants électriques**

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

© CEI 1991 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

Bureau central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	6
PRÉFACE	6
Articles	
1 Domaine d'application	8
2 Définitions	8
3 Intérêt de la méthode	10
4 Méthodes d'essai	10
5 Méthode A: Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC) et analyse thermique différentielle (DTA)	10
5.1 Généralités	10
5.2 Définitions	12
5.3 Paramètres d'influence	12
5.4 Appareillage	14
5.5 Etalonnage	14
5.6 Précautions	16
5.7 Eprouvettes	16
5.8 Mode opératoire	18
5.9 Procès-verbal d'essai	18
6 Méthode B: Analyse thermomécanique (TMA)	20
6.1 Généralités	20
6.2 Définitions	22
6.3 Appareillage	22
6.4 Etalonnage	24
6.5 Précautions	24
6.6 Eprouvettes	26
6.7 Mode opératoire	26
6.8 Calculs	28
6.9 Procès-verbal d'essai	28

CONTENTS

	Page
FOREWORD	7
PREFACE	7
Clause	
1 Scope	9
2 Definitions	9
3 Significance of the method	11
4 Test methods	11
5 Method A: By differential scanning calorimetry (DSC) or differential thermal analysis (DTA)	11
5.1 General	11
5.2 Definitions	13
5.3 Interferences	13
5.4 Apparatus	15
5.5 Calibration	15
5.6 Precautions	17
5.7 Test specimens	17
5.8 Procedure	19
5.9 Report	19
6 Method B: By thermomechanical analysis (TMA)	21
6.1 General	21
6.2 Definitions	23
6.3 Apparatus	23
6.4 Calibration	25
6.5 Precautions	25
6.6 Test specimens	27
6.7 Procedure	27
6.8 Calculations	29
6.9 Report	29

Articles	Pages
7 Méthode C: Analyse mécanique dynamique (DMA)	30
7.1 Généralités	30
7.2 Définitions	30
7.3 Paramètres d'influence	32
7.4 Méthodes et appareillage	32
7.5 Etalonnage	34
7.6 Précautions	36
7.7 Eprouvettes	36
7.8 Mode opératoire	36
7.9 Calculs	38
7.10 Procès-verbal d'essai	38
Figures	42

Withdrawing
IECNORM.COM: Click to view the full PDF of IEC 61006-1:1991

Clause	Page
7 Method C: By dynamic mechanical analysis (DMA)	31
7.1 General	31
7.2 Definitions	31
7.3 Interferences	33
7.4 Methods and apparatus	33
7.5 Calibration	35
7.6 Precautions	37
7.7 Test specimens	37
7.8 Procedure	37
7.9 Calculations	39
7.10 Report	39
Figures	42

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

AVANT-PROPOS

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

PRÉFACE

La présente norme a été établie par le Sous-Comité 15A: Essais de courte durée, du Comité d'Etudes n° 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapports de vote
15A(BC)56 15A(BC)60	15A(BC)58 15A(BC)63

Les rapports de vote indiqués dans le tableau ci-dessus donnent toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

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

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

PREFACE

This standard has been prepared by Sub-Committee 15A: Short-time tests, of IEC Technical Committee No. 15: Insulating materials.

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

Six Months' Rule	Reports on Voting
15A(CO)56 15A(CO)60	15A(CO)58 15A(CO)63

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

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

1 Domaine d'application

Ces méthodes d'essai couvrent les modes opératoires pour la détermination de la température de transition vitreuse des matériaux isolants électriques solides. Elles s'appliquent aux matériaux amorphes ou aux matériaux partiellement cristallisés comportant des parties amorphes stables et ne subissant pas de décomposition ni de sublimation dans la zone de transition vitreuse.

2 Définitions

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 gommeux vers (ou à partir d') un état dur.

NOTE - La transition vitreuse se produit généralement dans une zone de température 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 température, 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 élastomère-caoutchouc. 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 température dans lequel se produit la transition vitreuse.

NOTE - La température de transition vitreuse ne peut être déterminée facilement qu'en observant la température à laquelle 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 la température T_g relevée ne sera considérée que comme une valeur approximative, valable uniquement pour la technique donnée et les conditions particulières d'essai.

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

1 Scope

These methods of test cover procedures 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 Definitions

2.1 Glass transition

A 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)

The midpoint of the temperature range over which the glass transition takes place.

NOTE - The glass transition temperature can be determined readily only by observing the temperature at 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.

3 Intérêt de la 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-cristallisés, la détermination de la température de transition vitreuse peut fournir d'importantes informations sur leur passé thermique, leurs conditions de mise en oeuvre, leur stabilité, la progression 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 validation d'après 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 température caractéristique de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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 température de 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, seuls des résultats obtenus avec la même vitesse de chauffage peuvent être comparés.

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.

3 Significance of the 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 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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.

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 provide 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 Définitions

5.2.1 Analyse enthalpique différentielle à balayage (DSC)

Technique par laquelle on mesure, en fonction de la température, la différence entre les apports d'énergie 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. Le résultat est la courbe d'analyse enthalpique différentielle ou courbe DSC.

5.2.2 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. Le résultat est la courbe d'analyse thermique différentielle ou courbe DTA.

NOTE - 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 courbe fondamentale avant la transition.

Température finale extrapolée (T_f) 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 courbe fondamentale 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 au temps) 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 courbe fondamentale avant la transition.

Température de retour à la courbe fondamentale (T_r) en °C - Point où l'on observe la dernière déviation par rapport à la courbe fondamentale 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 - Des températures autres que celles définies ci-dessus peuvent être choisies pour les besoins de spécifications selon des accords passés par contrats individuels.

5.3 Paramètres d'influence

5.3.1 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 affecte 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 granules a un effet sur la mesure de la température de transition, les éprouvettes à comparer devront présenter approximativement la même granulométrie. L'évaporation de produits volatiles (par exemple de l'eau) pendant la mesure peut également influencer les résultats.

5.2 Definitions

5.2.1 Differential scanning calorimetry (DSC)

A technique in which the difference in 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. The record is the differential scanning calorimetric or DSC curve.

5.2.2 Differential thermal analysis (DTA)

A 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. The record is the differential thermal analysis or DTA curve.

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

5.3 Interferences

5.3.1 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 detected transition temperature, 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.

5.3.2 Dans certains cas le matériau constituant les éprouvettes peut réagir au contact de l'air au cours du cycle de température, 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.

5.3.3 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.

5.4 Appareillage

5.4.1 Un calorimètre différentiel à balayage ou un analyseur thermodifférentiel 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.

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

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

5.4.4 Du papier gradué pour les enregistreurs avec des graduations adéquates pour l'apport de chaleur différentiel ou la différence de température en fonction de la température. Les instruments à relevé digital doivent être accompagnés d'un enregistreur analogique ou d'une imprimante.

5.4.5 De l'azote pur à 99,9 % ou un autre gaz inerte pour protéger l'éprouvette de l'oxydation. Si des réactions oxydantes sont exclues, on peut aussi faire l'essai dans l'air.

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

5.5 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 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.

5.3.2 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.

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

5.4 Apparatus

5.4.1 A differential scanning calorimeter or differential thermal analyzer 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.

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

5.4.3 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).

5.4.4 Recording charts for temperature-recording apparatus, with suitable graduations for indication of differential heat flow or differential temperature, as a function of temperature. Instruments with digital data processing require an appropriate plotter or printer plotter.

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

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

5.5 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.

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

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

[1] Rossini, F.D., *Pure and Applied Chemistry*, volume 22, 1970, page 557.

NOTE - Les températures du point de fusion indiquées ci-dessus correspondent à la température initiale extrapolée de la courbe d'analyse dans le cas d'analyse calorimétrique à compensation de puissance (DSC) et au pic de fusion endothermique dans le cas d'analyse thermique différentielle (DTA), lorsque le capteur de température est logé à l'intérieur de l'éprouvette.

5.6 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.

5.7 Epreuves

5.7.1 Epreuves en poudre ou en granules - Eviter de broyer l'éprouvette si un cycle thermique préliminaire, tel qu'il est décrit en 5.8.2 n'est pas effectué. Le broyage, ou des techniques semblables, utilisé pour réduire les dimensions est souvent source de chaleur par suite de frottement ou d'orientation des particules, ou les deux, et modifie ainsi le passé thermique de l'éprouvette.

5.7.2 Epreuves moulées ou en boulettes - 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, une épaisseur, un diamètre ou une longueur qui corresponde le mieux au support d'éprouvette et se rapproche du poids désiré pour la suite de l'essai.

5.7.3 Epreuves sous forme de films et de feuilles - Pour les films d'épaisseur supérieure à 0,04 mm, voir 5.7.2. Pour les films plus minces, couper des bandes s'adaptant aux tubes à essais ou étamer des rondelles si on utilise des capsules circulaires.

5.7.4 Epreuves liquides - Les résines thermodurcissables liquides catalysées peuvent être polymérisées directement dans la capsule porte-éprouvette.

NOTE - Tout traitement mécanique ou conditionnement thermique sera noté.

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]
Gallium	+29,8
Indium	+156,6 [1]
Tin	+232,0 [1]
Lead	+327,5 [1]
Zinc	+419,6 [1]

[1] Rossini, F.D., *Pure and Applied Chemistry*, volume 22, 1970, page 557.

NOTE - The extrapolated onset 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.

5.6 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.

5.7 Test specimens

5.7.1 Powdered or granular test specimens - Avoid grinding if a preliminary thermal cycle as outlined in 5.8.2 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.

5.7.2 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 weight in the subsequent procedure.

5.7.3 Film or sheet test specimens - For films thicker than 0,04 mm, see 5.7.2. For thinner films, cut slivers to fit in the test specimen holder or punch disks, if circular test specimen pans are used.

5.7.4 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.

5.8 Mode opératoire

5.8.1 Utiliser une éprouvette de masse appropriée au matériau en essai. Dans la plus part des cas 10 mg à 20 mg sont suffisants. Prendre une quantité du matériau de référence présentant une capacité thermique proche de celle de l'éprouvette.

5.8.2 Ouvrir l'amenée du gaz de purge prescrit en 5.4.5. 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.

5.8.3 Maintenir la température constante jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint (normalement 5 min à 10 min).

5.8.4 Arrêter le chauffage et refroidir à une vitesse d'au moins (20 ± 1) K/min jusqu'à une température bien inférieure à la température de transition vitreuse attendue, généralement de 50 K en dessous.

5.8.5 Maintenir la température constante jusqu'à ce que l'équilibre soit atteint (normalement 5 min à 10 min).

5.8.6 Réchauffer à une vitesse de (20 ± 1) K/min et enregistrer la courbe de chauffage jusqu'à ce que toutes les transitions recherchées se soient produites.

On peut utiliser d'autres vitesses de chauffage, mais celles-ci doivent être notées.

NOTE - Le fait d'augmenter la vitesse de chauffage donne lieu à des modifications plus grandes de la courbe fondamentale, améliorant ainsi la détection. Dans le cas d'analyse calorimétrique à compensation de puissance (DSC) le signal est directement proportionnel à la vitesse de chauffage pour la mesure de la chaleur massique.

5.8.7 Relever la température centrale T_m (°C) et la reporter comme température de transition vitreuse T_g .

5.8.8 Il convient d'effectuer la mesure au minimum sur deux éprouvettes et T_g sera déterminée en tant que moyenne de ces mesures.

5.9 Procès-verbal d'essai

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

5.9.1 L'identification et la description complètes du matériau en essai, y compris sa provenance et la référence du fabricant.

5.9.2 La description de l'appareil utilisé pour l'essai.

5.9.3 La forme de l'éprouvette, la méthode de sa préparation et tout préconditionnement.

5.9.4 L'indication des dimensions, de la forme et du matériau du support de l'éprouvette. La vitesse moyenne de la variation linéaire de la température.

5.9.5 La description du procédé de calibrage de la température.

5.8 Procedure

5.8.1 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 may be used.

5.8.2 Initiate flow of purge gas according to 5.4.5. 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.

5.8.3 Hold temperature until a steady state is achieved (usually 5 min to 10 min).

5.8.4 Quench cool at a rate of at least (20 ± 1) K/min to well below the transition temperature of interest, usually 50 K below.

5.8.5 Hold temperature until a steady state is achieved (usually 5 min to 10 min).

5.8.6 Reheat at a rate of (20 ± 1) K/min and record the heating curve until all desired transitions have been completed.

Other heating rates may be used, but shall be reported.

NOTE - 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.

5.8.7 Measure the mid-point temperature T_m ($^{\circ}\text{C}$) and record it as T_g .

5.8.8 Determination should be made on a minimum of two test specimens and T_g reported as the mean of the determinations.

5.9 Report

The report shall include the following:

5.9.1 Complete identification and description of the material tested, including source and manufacturer's code.

5.9.2 Description of instrument used for the test.

5.9.3 Form of test specimen, method of preparation and any pre-treatment.

5.9.4 Statement of the dimensions, geometry and material of the test specimen holder and the average rate of linear temperature change.

5.9.5 Description of temperature calibration procedure.

5.9.6 L'identification du milieu environnant l'éprouvette, en déterminant pression et débit du gaz de purge, pureté et composition, y compris les taux d'humidité, s'il y a lieu.

5.9.7 La température de transition vitreuse T_g déterminée.

5.9.8 Toute réaction secondaire (par exemple réticulation, dégradation thermique, oxydation) doit être reportée et, si possible, identifiée.

6 Méthode B: Analyse thermomécanique (TMA)

6.1 Généralités

6.1.1 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 au cours de l'intervalle de température 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.

6.1.2 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, soit lors de l'expansion (procédure B1), soit lors de la pénétration (procédure B2), est utilisée pour déterminer la température de transition vitreuse.

6.1.3 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.

5.9.6 Identification of the test specimen atmosphere, gas pressure and flow rate, purity and composition, including humidity, if applicable.

5.9.7 The measured T_g .

5.9.8 Any side reactions (for example crosslinking, thermal degradation, oxidation) shall also be reported and the reaction identified, if possible.

6 Method B: By thermomechanical analysis (TMA)

6.1 General

6.1.1 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.

6.1.2 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.

6.1.3 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.

6.1.4 La procédure de pénétration (procédure B2), quant à elle, enregistre 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 peut être associée à la transition vitreuse.

6.2 Définitions

6.2.1 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.

6.2.2 Analyse thermomécanique (TMA)

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

6.3 Appareillage

6.3.1 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.

6.3.2 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 pour un déplacement de 1 μ m de la sonde mécanique, avec la possibilité d'avoir une sensibilité moindre si nécessaire.

6.3.3 Un dispositif pour enregistrer les variations de longueur de l'éprouvette ou la position de la sonde mécanique en fonction de la température 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.

6.1.4 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 may be associated with the glass transition.

6.2 Definitions

6.2.1 Thermodilatometry

A 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.

6.2.2 Thermomechanical analysis (TMA)

A 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.

6.3 Apparatus

6.3.1 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.

6.3.2 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 with provision for less sensitive ranges when needed.

6.3.3 A means of recording changes in test specimen length or probe position as a function of test specimen temperature. 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.

6.3.4 Un dispositif pour chauffer uniformément l'éprouvette avec une vitesse déterminée dans l'intervalle de température considéré. Il convient de prévoir un refroidissement de l'étuve 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.

6.3.5 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.

6.4 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 ou égale à 99,9 % et correspondant à la zone de température entrant en ligne de compte.

6.4.1 L'étalonnage de la température avec une précision de $\pm 1,0$ K se fera en observant la pénétration extrapolée initiale d'une sonde mécanique sous une force de 50 mN (5 g) dans un matériau cristallisé 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:

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

[1] Rossini, F.D., *Pure and Applied Chemistry*, volume 22, 1970, page 557.

6.4.2 Le dispositif de mesure et d'enregistrement des déplacements de la sonde mécanique sera 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.

6.5 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.

6.3.4 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.

6.3.5 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.

6.4 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 $\geq 99,9\%$ pure standard reference materials, covering the temperature range of interest.

6.4.1 Temperature calibration to $\pm 1,0$ K should be achieved by observing the penetration extrapolated onset by a 50 mN (5 g) loaded probe of a crystalline test specimen 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 (°C)
Mercury	-38,9 [1]
Gallium	+29,8
Indium	+156,6 [1]
Tin	+232,0 [1]
Lead	+327,5 [1]
Zinc	+419,6 [1]

[1] Rossini, F.D., *Pure and Applied Chemistry*, volume 22, 1970, page 557.

6.4.2 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.

6.5 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.

6.6 *Eprouvettes*

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

6.6.2 L'épaisseur préférentielle des éprouvettes 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 éprouvettes avec des surfaces parallèles lisses.

6.7 *Mode opératoire*

6.7.1 Placer l'éprouvette de 1 mm à 3 mm d'épaisseur dans le support en dessous de la sonde mécanique. Le capteur de température de l'éprouvette est mis en contact avec l'éprouvette ou le plus près possible de celle-ci, selon les instructions du fournisseur de l'appareil. Choisir une sonde mécanique selon 6.3.1.

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'éprouvette pour augmenter, de fait, le diamètre de la sonde et empêcher ainsi toute pénétration indue.

6.7.2 Placer le porte-éprouvette dans l'étuve. Ouvrir l'amenée du gaz inerte sec avant de refroidir ou de chauffer l'éprouvette. Si la mesure doit être faite aux environs de la température ambiante ou au dessous de celle-ci, refroidir l'étuve et l'éprouvette jusqu'à au moins 30 K au-dessous de la température la plus basse considérée. Le réfrigérant utilisé pour le refroidissement ne devra pas entrer en contact avec l'éprouvette.

6.7.3 Procédure B1: Appliquer une force de 5 mN à 10 mN (poids de 0,5 g à 1 g) sur la sonde mécanique pour s'assurer qu'elle est bien en contact avec l'éprouvette. On peut utiliser d'autres forces, mais elles doivent être notées dans le procès-verbal d'essai.

Procédure B2: Appliquer une charge de 5 g à 100 g (50 à 1 000 mN) sur la sonde mécanique.

6.7.4 Choisir la sensibilité appropriée de l'enregistreur.

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

6.7.5 Chauffer l'éprouvette 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.

6.7.6 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 du 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.

6.6 Test specimens

6.6.1 Test specimens can be analyzed 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.

6.6.2 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.

6.7 Procedure

6.7.1 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 6.3.1.

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.

6.7.2 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.

6.7.3 Method B1: Apply a force of 5 mN to 10 mN (or 0,5 g to 1 g load) 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 5 g to 100 g (50 to 1 000 mN) to the sensing probe.

6.7.4 Select an appropriate sensitivity setting on the recorder.

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

6.7.5 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.

6.7.6 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.

6.7.7 Si des contraintes résiduelles sont apparentes (inflexion irréversible et subite de la courbe à 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).

6.7.8 Il convient que la mesure soit faite au minimum sur deux 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.

6.8 *Calculs*

Déterminer la température de transition vitreuse de la façon suivante:

6.8.1 Construire la tangente à la courbe d'expansion ou de pénétration en aval de la température de transition.

6.8.2 Construire la tangente à la courbe d'expansion ou de pénétration en amont de la température de transition.

6.8.3 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).

6.9 *Procès-verbal d'essai*

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

6.9.1 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.

6.9.2 Les méthodes d'essai, la préparation des éprouvettes y compris toutes les contraintes mécaniques, thermiques ou ambiantes subies.

6.9.3 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.

6.9.4 Les dimensions de l'éprouvette.

6.9.5 La température de transition vitreuse (T_g).

6.9.6 La description de l'appareillage d'analyse thermomécanique utilisé.

6.9.7 Le gaz de purge et son débit, milieu réfrigérant, si utilisé.

6.9.8 Les détails de la forme de la sonde mécanique et de la charge utilisées.

6.9.9 Les courbes de déplacement de la sonde mécanique relevées.

6.9.10 La vitesse de chauffage.

6.7.7 If residual stresses are evident (a sudden irreversible deflection at 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).

6.7.8 Determination should be made on a minimum of two 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.

6.8 Calculations

Determine the glass transition temperature as follows:

6.8.1 Construct a tangent to the expansion or to the penetration curve below the transition temperature.

6.8.2 Construct a tangent to the expansion or to the penetration curve above the transition temperature.

6.8.3 The temperature at which these lines intersect is reported as the glass transition temperature (T_g).

6.9 Report

The report shall include the following:

6.9.1 Designation of the material including the name of the manufacturer and information on lot number and chemical composition when known.

6.9.2 Method of test, test specimen preparation including any mechanical, thermal or environmental exposure.

6.9.3 Test specimen orientation with respect to the original part or the direction of the oriented fibre fillers if a composite material is tested.

6.9.4 Dimensions of the test specimen.

6.9.5 Glass transition temperature (T_g).

6.9.6 Description of the thermomechanical analytical apparatus used.

6.9.7 Purge gas, flow rate and cooling medium if used.

6.9.8 Details of probe shape and load used.

6.9.9 Probe displacement curves obtained.

6.9.10 Heating rate.

7 Méthode C: Analyse mécanique dynamique (DMA)

7.1 Généralités

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

7.1.2 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 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».

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

7.1.3 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 Définitions

7.2.1 Analyse mécanique dynamique (DMA)

Technique selon laquelle le module d'accumulation 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.

7.2.2 Température de transition vitreuse (T_g)

Point situé approximativement au milieu du domaine de température dans lequel se produit la transition vitreuse.

Dans le cadre de cette méthode d'essai, 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.

7.2.3 Module d'accumulation complexe

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

7.2.4 Module d'accumulation

Partie mathématiquement réelle du module d'accumulation.

7.2.5 Module de perte

Partie mathématiquement imaginaire du module d'accumulation.

7 Method C: By dynamic mechanical analysis (DMA)

7.1 General

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

7.1.2 A test specimen of known geometry is placed in mechanical oscillation either at fixed or natural resonant frequencies. The 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 - The particular method for measurement of the mechanical dissipation factor depends upon the operating principle of the instrument used.

7.1.3 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 Definitions

7.2.1 Dynamic mechanical analysis (DMA)

A technique in which either the storage 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.

7.2.2 Glass transition temperature (T_g)

The approximate midpoint of the temperature range over which the glass transition takes place.

For the purpose of this test method, the temperature of the peak of the mechanical dissipation factor curve accompanying the glass transition is taken to be the glass transition temperature.

7.2.3 Complex storage modulus

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

7.2.4 Storage modulus

The mathematically real part of the complex storage modulus.

7.2.5 Loss modulus

The mathematically imaginary part of the complex storage modulus.

7.2.6 Facteur de dissipation mécanique

Rapport entre le module de perte et le module d'accumulation.

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:

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

où:

$\underline{E}$ est le module d'accumulation complexe

E' est le module d'accumulation (dans ce cas, le module d'élasticité)

E'' est le module de perte

j est la racine carrée du nombre moins un

le facteur de dissipation mécanique est égal à E''/E'

7.3 Paramètres d'influence

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

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

7.3.3 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.

7.4 Méthodes et appareillage

7.4.1 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.

7.4.2 Méthodes

Systèmes à résonance

Oscillation en torsion à décroissance libre

Oscillation forcée à amplitude constante

Oscillation en flexion

7.2.6 Mechanical dissipation factor

The ratio of the loss modulus to the storage 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:

$$\sigma = \underline{E} \epsilon = (E' + jE'') \epsilon$$

where:

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

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

E'' is the loss modulus

j is the square root of negative one

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

7.3 Interferences

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

7.3.2 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.

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

7.4 Methods and apparatus

7.4.1 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.

7.4.2 Methods

Resonant systems

Freely decaying torsional oscillation
Forced, constant amplitude oscillation
Flexural oscillation

Systèmes non résonnants, fréquence constante

Oscillation en torsion, forcée, à amplitude constante
 Oscillation en traction, forcée, à amplitude constante
 Oscillation en compression, forcée, 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.

7.4.3 L'appareillage doit comprendre les éléments suivants:

7.4.3.1 Attaches - Un dispositif de fixation qui empêche l'échantillon de glisser.

7.4.3.2 Dispositif de déformation par oscillation - Ce dispositif permet d'exercer sur l'éprouvette une force de déformation par oscillation. Cette force (déformation) peut être appliquée puis annulée, comme dans les dispositifs à vibrations propres, ou appliquée en permanence, comme dans des dispositifs à vibrations forcées.

7.4.3.3 Capteurs - Dispositif(s) servant à déterminer des paramètres expérimentaux indépendants ou non, comme la force (contrainte ou déformation), 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 %.

7.4.3.4 Régulateur de température et étuve - Dispositif servant à contrôler la température de l'éprouvette, en chauffant (par paliers ou progressivement), en refroidissant (par paliers ou progressivement) ou en maintenant un environnement isothermique.

7.4.3.5 Alimentation en azote ou autre gaz inerte pour les opérations de purge.

7.4.3.6 Pied à coulisse ou autre dispositif de mesure de longueur capable de mesurer les dimensions de l'éprouvette avec une précision de ± 1 %.

7.5 Etalonnage

7.5.1 Température

En appliquant la même vitesse de chauffage ou le même programme d'essai 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 d'une des substances suivantes (ou les deux).

Standard	Température de transition	Type de transition
Glacé (eau)	0,0 °C	Fusion
Indium	156,6 °C	Fusion

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.

7.4.3 All apparatus shall comprise the following:

7.4.3.1 Clamps - A clamping arrangement that permits gripping of the test specimen without slipping.

7.4.3.2 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.

7.4.3.3 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 %.

7.4.3.4 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.

7.4.3.5 Dry nitrogen or other inert gas supply for purging purposes.

7.4.3.6 Calipers or other length-measuring device capable of measuring to an accuracy of ± 1 % of the test specimen dimension.

7.5 Calibration**7.5.1 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 following substances.

Standard	Transition temperature	Type of transition
Ice (water)	0,0 °C	Fusion
Indium	156,6 °C	Fusion

7.5.2 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.

7.6 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.

7.7 Eprouvettes

7.7.1 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.

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

NOTE - Il est important de choisir une éprouvette dont la taille soit 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.

7.8 Mode opératoire

7.8.1 Mesurer la longueur, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette avec une précision de $\pm 1\%$.

7.8.2 L'amplitude de déformation maximale doit être comprise dans la plage de visco-élasticité linéaire du matériau.

NOTE - Des déformations inférieures à 1 % sont recommandées.

7.8.3 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 - Pour les besoins de cet essai, les résultats analytiques seront relevés à 1 Hz.

7.8.4 Faire varier la température de l'éprouvette dans toute la plage concernée, tout en mesurant ses propriétés élastiques et d'amortissement.

NOTES

1 - Il convient que les essais réalisés dans une plage de température 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.

2 - 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.