

---

---

**Plastiques — Analyse thermomécanique  
(TMA) —**

**Partie 1:  
Principes généraux**

*Plastics — Thermomechanical analysis (TMA) —  
Part 1: General principles*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 11359-1:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9b695cd2da/iso-11359-1-1999>



## Sommaire

1 Domaine d'application .....	1
2 Références normatives .....	1
3 Termes et définitions.....	1
4 Principe.....	2
5 Matériaux .....	2
6 Appareillage .....	2
7 Éprouvettes .....	3
8 Mode opératoire.....	3
9 Rapport d'essai .....	4
Annexe A (informative) ICTA, NIST.....	6
Bibliographie.....	7

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11359-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9b695cd2da/iso-11359-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9b695cd2da/iso-11359-1-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11359-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

L'ISO 11359 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA)*:

- *Partie 1: Principes généraux*
- *Partie 2: Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique et de la température de transition vitreuse*
- *Partie 3: Détermination de la température de pénétration*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 11359 est donnée uniquement à titre d'information.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 11359-1:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9bf695cd2da/iso-11359-1-1999>

# Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) —

## Partie 1: Principes généraux

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11359 spécifie les conditions générales nécessaires à l'analyse thermomécanique des matériaux thermoplastiques et thermodurcissables, renforcés ou non par des charges, sous forme de feuilles ou d'objets moulés.

L'analyse thermomécanique consiste à déterminer les déformations subies par une éprouvette en fonction de la température et/ou du temps.

(standards.iteh.ai)

### 2 Références normatives

ISO 11359-1:1999

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 11359. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 11359 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 291:1997, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO 11359-2, *Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) — Partie 2: Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique et de la température de transition vitreuse.*

ISO 11359-3, *Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) — Partie 3: Détermination de la température de pénétration.*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11359, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1 analyse thermomécanique TMA

technique consistant à enregistrer, en fonction de la température et/ou du temps, la déformation subie par une éprouvette soumise à une contrainte non oscillatoire et à un programme de température contrôlée

### 3.2 thermodilatométrie

technique consistant à mesurer, en fonction de la température, une dimension (ou le volume) d'une substance soumise à une contrainte négligeable et à un programme de température contrôlée

NOTE On distingue la thermodilatométrie linéaire (dans laquelle on mesure une dimension) et la thermodilatométrie volumique (dans laquelle on mesure le volume).

### 3.3 courbe d'analyse thermomécanique

courbe obtenue au moyen d'un dispositif d'analyse thermomécanique qui représente l'enregistrement de la dimension mesurée de l'échantillon en fonction de la température ou du temps

## 4 Principe

La déformation d'un matériau sous l'effet d'une contrainte non oscillatoire est mesurée en fonction du temps à une température constante, ou en fonction de la température.

## 5 Matériaux

5.1 **Matériaux métalliques de référence purs**, ayant des points de fusion connus, pour l'étalonnage en température.

Tableau 1 — Matériaux métalliques de référence (pureté > 99,99 %)

Métal	Point de fusion <sup>a</sup> °C
Indium	156,6
Étain	231,9
Plomb	327,5
Zinc	419,6

<sup>a</sup> Valeurs issues du catalogue de matériaux de référence NIST (voir annexe A).

## 6 Appareillage

L'appareil d'analyse thermomécanique doit comprendre les éléments suivants:

### 6.1 Four à température contrôlée, avec enceinte d'essai

- permettant de conduire les essais à des vitesses constantes de montée en température ou de refroidissement de 1 K/min à 20 K/min, ou à température constante dans la plage conseillée comprise entre 123 K (– 150 °C) et 773 K (500 °C);
- permettant de maintenir le niveau de la température d'essai avec une exactitude de ± 2 K;
- permettant de réguler la température avec une résolution de 0,5 K ou meilleure;
- pouvant être balayée par un courant de gaz.

### 6.2 Transducteur de déplacement, ayant une limite de détection d'au moins 10<sup>-1</sup> µm.

6.3 **Palpeur de mesure:** tige fabriquée en un matériau ayant un faible coefficient de dilatation thermique (par exemple: la silice), reliée mécaniquement au transducteur de déplacement. L'une des extrémités de cette tige est en contact avec l'éprouvette et la forme de la tige est adaptée au type de mesurage.

L'appareil doit comporter généralement un système permettant de compenser la masse du palpeur, soit par étalonnage, soit par tarage.

#### **6.4 Dispositif d'application de charge** (de pénétration, en compression, en traction ou en flexion).

L'amplitude de la charge appliquée sur la tige est fonction du type de mesurage requis. Il faut donc déterminer la charge réelle s'exerçant sur l'échantillon.

**6.5 Dispositif de refroidissement**, employant l'azote liquide, à circulation de réfrigérant ou d'eau, ou à glace, permettant de produire une température stable et reproductible.

**6.6 Dispositif d'alimentation en gaz inerte ou oxydant** (débit d'environ 10 ml/min à 100 ml/min).

**6.7 Dispositifs d'enregistrement et/ou d'acquisition des signaux.**

**6.8 Micromètres ou pieds à coulisse.**

## **7 Éprouvettes**

Découper des éprouvettes dans une feuille ou dans un objet moulé de sorte qu'un échauffement ne modifie pas sa structure. L'éprouvette peut être de forme quelconque mais doit avoir une épaisseur de quelques millimètres. Se reporter aux instructions du fabricant pour la taille de l'éprouvette.

S'assurer que les surfaces inférieure et supérieure de l'éprouvette sont parallèles et lisses, en frottant si nécessaire au moyen d'un papier abrasif (par exemple n° 200).

Si les éprouvettes sont prélevées dans un objet moulé, consigner le mode d'échantillonnage utilisé, à savoir la méthode, le type d'objet et l'orientation de l'éprouvette, dans le rapport d'essai.

Conditionner l'éprouvette dans l'un des ensembles de conditions spécifiés dans l'ISO 291, si nécessaire.

Il est recommandé de procéder à un examen visuel (à l'œil nu) afin de s'assurer de l'absence d'imperfections ou de défauts dans le matériau ou à sa surface, par exemple bulles, trous ou rayures.

## **8 Mode opératoire**

### **8.1 Étalonnage**

#### **8.1.1 Four**

Étalonner le four (6.1) en utilisant au moins deux matériaux métalliques de référence purs (5.1) ayant des points de fusion connus (voir Tableau 1) couvrant la plage de températures à utiliser pour l'éprouvette. L'épaisseur des objets métalliques en matériaux de référence doit être d'environ 0,1 mm. Effectuer les déterminations du point de fusion des matériaux de référence dans les mêmes conditions expérimentales que celles à utiliser pour l'éprouvette.

Mesurer, sous la même charge que celle à utiliser pour l'éprouvette, le point auquel la pénétration du matériau de référence par la palpeur (6.3) a lieu en raison de la fusion (voir Figure 1) Déterminer la température de pénétration du matériau de référence conformément à l'ISO 11359-3.

#### **8.1.2 Transducteur**

Étalonner le transducteur (6.2) au moyen d'un micromètre (6.8) ou d'un jeu de jauges étalons d'épaisseur connue avec exactitude. L'exactitude du micromètre ou des jauges doit être la même que celle requise pour la transducteur de déplacement.

#### **8.1.3 Dispositif d'application de charge**

Étalonner le dispositif d'application de charge (6.4) au moyen des masses étalons fournies avec chaque appareil ou au moyen d'un capteur de force certifié. Pour obtenir des précisions à cet égard, se référer aux instructions données par le fabricant de l'appareil.

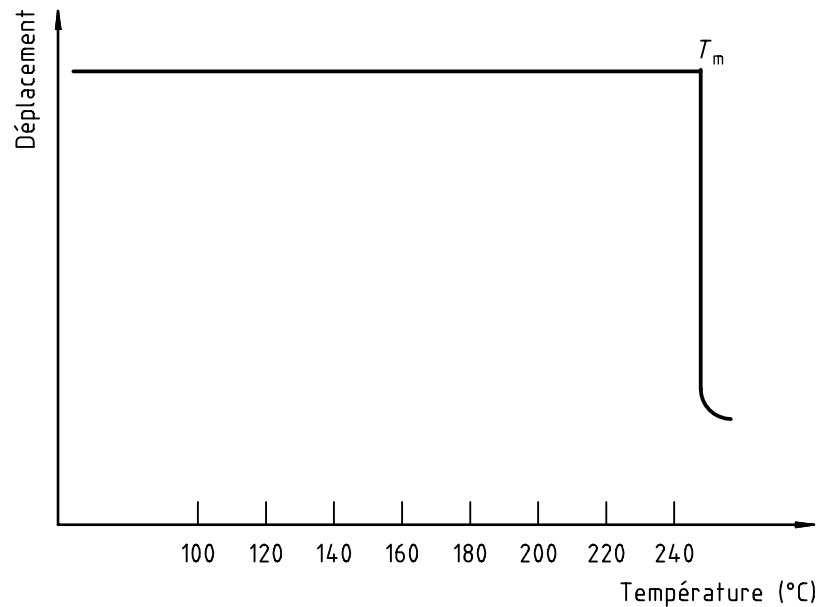


Figure 1 — Détermination du point de fusion

## 8.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en enregistrant la courbe d'analyse thermomécanique dans les mêmes conditions que celles mises en œuvre pour l'éprouvette, mais sans cette dernière.

Les données obtenues pour l'éprouvette peuvent alors être corrigées au moyen des données obtenues dans l'essai à blanc.

[ISO 11359-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9b695cd2da/iso-11359-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9b695cd2da/iso-11359-1-1999>

## 8.3 Détermination

Monter l'éprouvette sur le porte-éprouvette.

Placer le capteur de température aussi près que possible de l'éprouvette.

Mesurer la longueur  $L_0$  de l'éprouvette à 23 °C au moyen du transducteur de déplacement.

Choisir la plage de températures, la vitesse de montée en température et/ou de refroidissement et la charge à appliquer comme indiqué dans l'ISO 11359-2 ou l'ISO 11359-3, ou comme cela est requis dans la norme relative au matériau concerné.

Enregistrer la courbe d'analyse thermomécanique en fonction de la température ou du temps.

Une fois l'essai achevé, laisser refroidir l'éprouvette.

Les détails relatifs aux conditions d'essai et aux modes opératoires pour chaque analyse thermomécanique sont spécifiés dans l'ISO 11359-2 et l'ISO 11359-3.

Comparer la courbe d'essai à blanc avec celle obtenue pour l'éprouvette et faire les corrections nécessaires.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence à la présente partie de l'ISO 11359;



- b) tous les renseignements nécessaires à l'identification du matériau ou du produit soumis à l'essai (numéro de lot, etc.);
- c) le type d'éprouvette utilisé, ses dimensions, la méthode de préparation et son orientation avec référence à la feuille ou à l'objet moulé dans lequel (laquelle) a été prélevée l'éprouvette;
- d) des détails relatifs au conditionnement de l'éprouvette, le cas échéant;
- e) le type d'équipement d'analyse thermomécanique utilisé;
- f) la forme et les dimensions du palpeur;
- g) les matériaux utilisés pour l'étalonnage et les valeurs obtenues;
- h) les conditions expérimentales mises en œuvre pour effectuer la détermination;
- i) les résultats d'essai, y compris les courbes d'analyse thermomécanique obtenues (si nécessaire);
- j) la (ou les) date(s) de l'essai.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 11359-1:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9bf95cd2da/iso-11359-1-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a536c0ea-9b87-4f01-b1e5-f9bf95cd2da/iso-11359-1-1999>