

---

---

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

**Partie 2:**

Détermination du coefficient de dilatation  
thermique linéique et de la température de  
transition vitreuse

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Thermomechanical analysis (TMA) —*

*Part 2: Determination of coefficient of linear thermal expansion and glass  
transition temperature*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7ab9a40-2c65-402e-84ff-08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999>



## Sommaire

1	Domaine d'application .....	1
2	Références normatives .....	1
3	Termes et définitions.....	1
4	Principe.....	3
5	Appareillage .....	3
6	Éprouvettes .....	3
7	Mode opératoire.....	3
8	Expression des résultats .....	4
9	Rapport d'essai .....	7
	<b>Annexe A (informative) Données de filéité relatives à la détermination du coefficient moyen de dilatation thermique linéique au moyen d'une analyse thermomécanique .....</b>	<b>9</b>
	<b>Bibliographie.....</b>	<b>10</b>

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 11359-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7ab9a40-2c65-402e-84ff-08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7ab9a40-2c65-402e-84ff-08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999>

© 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 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.

STANDARD PREVIEW  
(standards.it/en.eu)  
ISO 11359-2:1999  
08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999

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

ISO 11359-2:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7ab9a40-2c65-402e-84ff-08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999>

# Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) —

## Partie 2:

## Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique et de la température de transition vitreuse

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 11359 spécifie une méthode d'essai thermodilatométrique permettant de déterminer le coefficient de dilatation thermique linéique des plastiques à l'état solide, au moyen d'un appareillage d'analyse thermomécanique (TMA). Elle spécifie également la détermination de la température de transition vitreuse au moyen d'un appareillage d'analyse thermomécanique.

NOTE Le coefficient de dilatation thermique linéique peut être mesuré en utilisant différents types d'appareils de thermodilatométrie. La présente partie de l'ISO 11359 concerne uniquement l'appareillage d'analyse thermomécanique.

### 2 Références normatives

[ISO 11359-2:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7ab9a40-2c65-402e-84ff-08e0e2bf0d0d/iso-11359-2-1999>

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 invités 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 l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 11359-1, *Plastiques — Analyse thermomécanique (TMA) — Partie 1: Principes généraux*.

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 11359, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11359-1, ainsi que les suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **dilatation thermique**

accroissement des dimensions d'une éprouvette en fonction de la température, mesuré par thermodilatométrie

#### 3.2

##### **coefficient de dilatation thermique linéique**

accroissement réversible de la longueur d'un matériau, exprimé en unités de longueur par degré de variation de la température

NOTE On mesure deux coefficients de dilatation thermique: le coefficient différentiel de dilatation thermique linéique et le coefficient moyen de dilatation thermique linéique.

### 3.2.1 coefficient différentiel de dilatation thermique linéique

$\alpha$   
coefficient de dilatation pour chacune des trois dimensions, à la température  $T$  et à pression constante  $p$ , donné, en kelvins à la puissance moins un, par l'équation suivante:

$$\alpha = \frac{(dL)_p}{(dT)_p} \times \frac{1}{L_0} = \frac{(dL/dt)_p}{(dT/dt)_p} \times \frac{1}{L_0} \quad (1)$$

où

$L_0$  est la longueur de référence à la température ambiante  $T_0$ , dans l'axe de mesurage;

$L$  est la longueur mesurée à la température  $T$ , dans l'axe de mesurage;

$dL$  est la variation de la longueur dans l'intervalle de temps  $dt$  à pression constante  $p$ ;

$dT$  est la variation de la température dans l'intervalle de temps  $dt$  à pression constante  $p$

### 3.2.2 coefficient moyen de dilatation thermique linéique

$\bar{\alpha}$   
coefficient de dilatation linéique pour chacune des trois dimensions, à pression constante, donné, en kelvins à la puissance moins un, par l'équation suivante:

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L}{\Delta T} \times \frac{1}{L_0} \quad (2)$$

où

$\Delta L$  est la variation de la longueur de l'éprouvette entre deux températures  $T_1$  et  $T_2$ ;

$L_0$  est la longueur de référence de l'éprouvette à la température ambiante, dans l'axe de mesurage;

$\Delta T$  est la variation de température, égale à  $T_2 - T_1$

La détermination s'effectue dans un intervalle de températures  $\Delta T$  entre  $T_1$  et  $T_2$ . La température caractéristique est donnée par

$$T \text{ (caractéristique)} = \frac{T_1 + T_2}{2}$$

NOTE Si l'on remplace la «longueur» par le «volume» dans les équations (1) et (2), on peut obtenir le coefficient de dilatation thermique volumique.

### 3.3 transition vitreuse

passage réversible d'un polymère amorphe ou de parties amorphes d'un polymère partiellement cristallisé, de l'état visqueux ou gommeux vers un état dur et relativement fragile, ou inversement

### 3.4 température de transition vitreuse

$T_g$   
point situé approximativement au milieu de l'intervalle de températures dans lequel se produit la transition vitreuse

La température de transition vitreuse obtenue par thermodilatométrie est définie comme le point d'intersection des tangentes à la courbe longueur/température avant et après la phase de transition vitreuse (voir Figure 3).

## 4 Principe

La variation de dimension subie par une éprouvette est mesurée en fonction de la température en utilisant un appareil d'analyse thermomécanique qui génère une courbe d'analyse thermomécanique permettant de calculer le coefficient de dilatation thermique linéique.

## 5 Appareillage

Les éléments de l'appareil d'analyse thermomécanique à utiliser pour la présente partie de l'ISO 11359 doivent être tels que spécifiés dans l'ISO 11359-1 et doivent être à même de

- a) fonctionner en mode compression et/ou traction;
- b) maintenir l'éprouvette dans une atmosphère contrôlée conformément à l'ISO 291.

NOTE 1 Les mesurages des éprouvettes sous forme de films ou de fibres sont faits en mode traction.

NOTE 2 Une atmosphère d'air sec ou de gaz inerte comme l'azote est recommandée.

## 6 Éprouvettes

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 6.1 Préparation

Préparer les éprouvettes conformément à l'ISO 11359-1, article 7.

L'éprouvette normalisée est une éprouvette rectangulaire de 5 mm à 10 mm de longueur et d'environ 5 mm de largeur. Cependant, il est possible d'utiliser des éprouvettes ayant d'autres dimensions, suivant l'accord conclu entre les parties intéressées. Les extrémités de l'éprouvette doivent être parallèles. Noter, le cas échéant, l'orientation de l'éprouvette par rapport au sens de production, c'est-à-dire sens machine, sens travers ou autre.

Pour le nombre d'éprouvettes, se référer aux normes relatives au matériau concerné, mais préparer et soumettre à l'essai au moins trois éprouvettes de chaque échantillon.

### 6.2 Conditionnement

Pour le conditionnement des éprouvettes avant mesurage, se référer aux normes relatives au matériau concerné.

NOTE 1 Il est recommandé, pour annuler les antécédents thermiques éventuels, de porter la température de chaque éprouvette de la température minimale de mesurage (au moins 50 °C en dessous de  $T_g$ ) à la température maximale (au moins 50 °C au-dessus de  $T_g$ ), puis de maintenir à cette dernière pendant 5 min. Ensuite, refroidir l'éprouvette à la température minimale à la même vitesse que celle à utiliser pour la détermination proprement dite.

NOTE 2 Le chauffage de l'éprouvette à des températures de 50 °C au-dessus de  $T_g$  peut induire une modification de l'orientation moléculaire et/ou de la morphologie du mélange, et donc une modification du coefficient de dilatation thermique linéique selon la direction.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Étalonnage de l'appareillage

Étalonner l'appareillage conformément à l'ISO 11359-1. Après avoir nettoyé la surface de l'éprouvette, le palpeur et le bloc de montage, placer l'éprouvette à la verticale sur le bloc de montage en réduisant au minimum l'espace entre l'éprouvette et le palpeur.

## 7.2 Détermination

Placer le palpeur non chargé sur la surface supérieure de l'éprouvette. Appliquer une contrainte de  $4,0 \text{ kPa} \pm 0,1 \text{ kPa}$ . Si l'effet induit sur la valeur de mesure obtenue est faible, il est possible de mettre en œuvre une contrainte de valeur différente.

Si le mesurage s'effectue sur une éprouvette en forme de feuille mince, fibreuse ou souple, effectuer la détermination en mode traction, les deux extrémités de l'éprouvette étant amarrées.

Maintenir un débit de gaz, de préférence de l'air sec, entourant l'éprouvette constant entre 50 ml/min et 100 ml/min. Toutefois, d'autres atmosphères peuvent être utilisées par accord conclu entre les parties intéressées.

Élever la température de l'éprouvette à une vitesse constante ne dépassant pas  $5 \text{ °C/min}$ .

Enregistrer la courbe d'analyse thermomécanique pour l'éprouvette, c'est-à-dire la variation de longueur au fur et à mesure de la montée en température.

NOTE 1 Avec certains échantillons, il est préférable d'envisager de prélever les éprouvettes dans différentes directions.

Mesurer, dans les mêmes conditions, la variation de longueur d'une éprouvette de référence ayant un coefficient moyen de dilatation thermique linéique connu et à peu près la même longueur que l'éprouvette soumise à l'essai.

NOTE 2 Le présent essai n'est pas nécessaire quand on utilise un appareil permettant de mesurer directement la différence de longueur entre l'éprouvette soumise à l'essai et une éprouvette de référence.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul

#### 8.1.1 Coefficient de dilatation thermique linéique, $\alpha$

ISO 11359-2:1999

Le coefficient de dilatation thermique linéique  $\alpha$ , en kelvins à la puissance moins un ( $\text{K}^{-1}$ ), à la température  $T$  est obtenu d'après la courbe d'analyse thermomécanique à l'aide de l'équation suivante (voir Figure 1):

$$\alpha = \frac{dL}{dT} \times \frac{1}{L_0}$$

où

$L_0$  est la longueur de l'éprouvette, en micromètres, à la température ambiante;

$L$  est la longueur de l'éprouvette, en micromètres, à la température  $T$ ;

$T$  est la température, en kelvins.

Calculer la valeur de  $\alpha$  à  $10^{-7} \text{ K}^{-1}$  près pour chaque éprouvette. Calculer la moyenne de ces valeurs individuelles et l'arrondir à  $10^{-6} \text{ K}^{-1}$  près.

Dans le cas d'une éprouvette présentant une transition vitreuse, calculer le coefficient avant et après la phase de transition vitreuse.



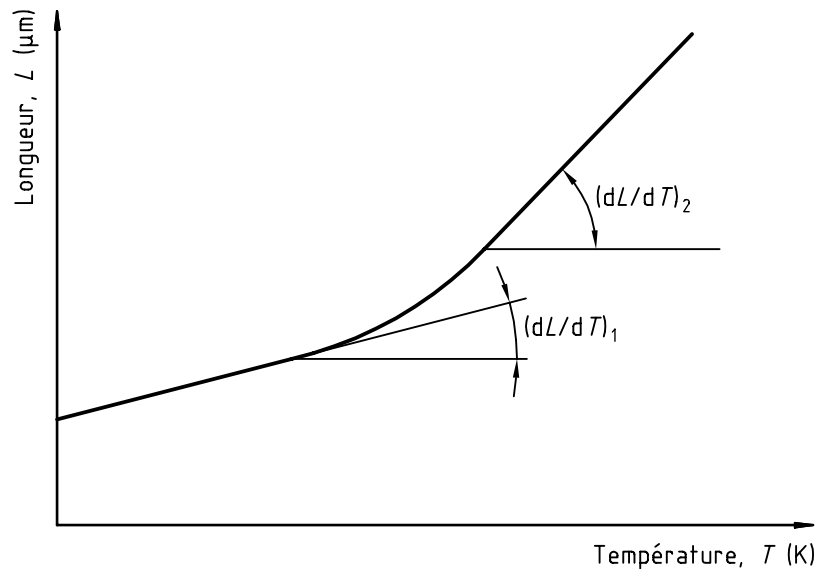


Figure 1 — Détermination du coefficient de dilatation thermique linéique,  $\alpha$

### 8.1.2 Coefficient moyen de dilatation thermique linéique, $\bar{\alpha}$

#### 8.1.2.1 Méthode A: Détermination sans éprouvette de référence

Le coefficient moyen de dilatation thermique linéique  $\bar{\alpha}$ , en kelvins à la puissance moins un ( $K^{-1}$ ), entre deux températures  $T_1$  et  $T_2$  est obtenu d'après la courbe d'analyse thermomécanique à l'aide de l'équation suivante (voir Figure 2):

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L}{\Delta T} \times \frac{1}{L_0}$$

où

$L_0$  est la longueur de l'éprouvette, en micromètres, à la température ambiante;

$\Delta L$  est la différence de longueur, en micromètres;

$\Delta T (= T_2 - T_1)$  est la différence de température, en kelvins.

Choisir deux températures et calculer la différence de température  $\Delta T$ .

Déterminer la variation de longueur correspondante  $\Delta L$  sur la courbe d'analyse thermomécanique.

Calculer la valeur de  $\bar{\alpha}$  à  $10^{-7} K^{-1}$  près pour chaque éprouvette. Calculer la moyenne de ces valeurs individuelles et l'arrondir à  $10^{-6} K^{-1}$  près.

Dans le cas d'une éprouvette présentant une transition vitreuse, calculer le coefficient avant et après la phase de transition