

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61006

Deuxième édition
Second edition
2004-01

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

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

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

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

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



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

T

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

SOMMAIRE

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

CONTENTS

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

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

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

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

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

AVANT-PROPOS

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

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

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

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

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

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

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

FOREWORD

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

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

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

Changes from the first edition are as follows:

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

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

1 Domaine d'application

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

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

1 Scope

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