

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6721-2

Première édition
1994-11-01

**Plastiques — Détermination des propriétés
mécaniques dynamiques —**

Partie 2:
Méthode au pendule de torsion

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Plastics — Determination of dynamic mechanical properties —
Part 2: Torsion-pendulum method*



Numéro de référence
ISO 6721-2:1994(F)

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 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 6721-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*.

Conjointement avec l'ISO 6721-1, elle annule et remplace l'ISO 537:1989, laquelle a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 6721 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques*:

- *Partie 1: Principes généraux*
- *Partie 2: Méthode au pendule de torsion*
- *Partie 3: Vibration en flexion — Méthode en résonance*
- *Partie 4: Vibration en traction — Méthode hors résonance*
- *Partie 5: Vibration en flexion — Méthode hors résonance*
- *Partie 6: Vibration en cisaillement — Méthode hors résonance*
- *Partie 7: Vibration en torsion — Méthode hors résonance*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 6721. Les annexes B, C et D sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

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

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques —

Partie 2: Méthode au pendule de torsion

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6721 prescrit deux méthodes (A et B) pour la détermination des propriétés mécaniques dynamiques linéaires, telles que les composantes de conservation et de perte du module en torsion, des plastiques dans le domaine des petites déformations en fonction de la température dans la gamme de fréquences de 0,1 Hz à 10 Hz.

La dépendance thermique de ces propriétés, mesurée sur une gamme de températures suffisamment large (par exemple de -50 °C à $+150\text{ °C}$ pour la majorité des plastiques commercialement disponibles), donne des informations sur les zones de transition (par exemple transition vitreuse ou fusion) d'un polymère. Elle donne aussi une information au sujet du début de l'écoulement d'un plastique. Les deux méthodes décrites dans la présente partie de l'ISO 6721 ne sont pas applicables aux stratifiés asymétriques au sujet desquels il y a lieu de se reporter à l'ISO 6721-3:1994, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 3: Vibration en flexion — Méthode en résonance*. Les méthodes ne s'appliquent pas non plus pour l'essai de caoutchoucs au sujet desquels il convient de se reporter à l'ISO 4663:1986, *Caoutchouc — Détermination du comportement dynamique des vulcanisats à basses fréquences — Méthode du pendule de torsion*.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des

dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 6721. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6721 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6721-1:1994, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 1: Principes généraux*.

3 Définitions

Voir ISO 6721-1:1994, article 3.

4 Principe

Une éprouvette de section transversale uniforme est fixée à l'aide de deux brides, dont l'une est fixe et l'autre reliée à un corps d'inertie, par exemple un disque. L'une des extrémités de l'éprouvette est excitée ensemble avec le disque sous l'action d'oscillations en torsion à amortissement libre. Le mode d'oscillation est désigné par IV dans l'ISO 6721-1:1994, tableau 2, et le type de module comprenant le mode de déformation par G_{10} dans l'ISO 6721-1:1994, tableau 3.

Le corps d'inertie est supporté soit par l'éprouvette (méthode A, voir figure 1), soit par un fil (méthode B, voir figure 2). Dans ce dernier cas, le fil est également une partie élastique du système oscillant.

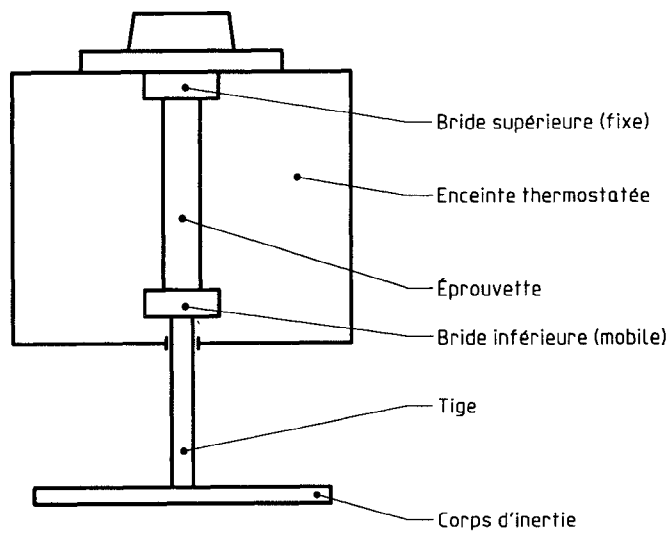


Figure 1 — Appareillage pour la méthode A

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

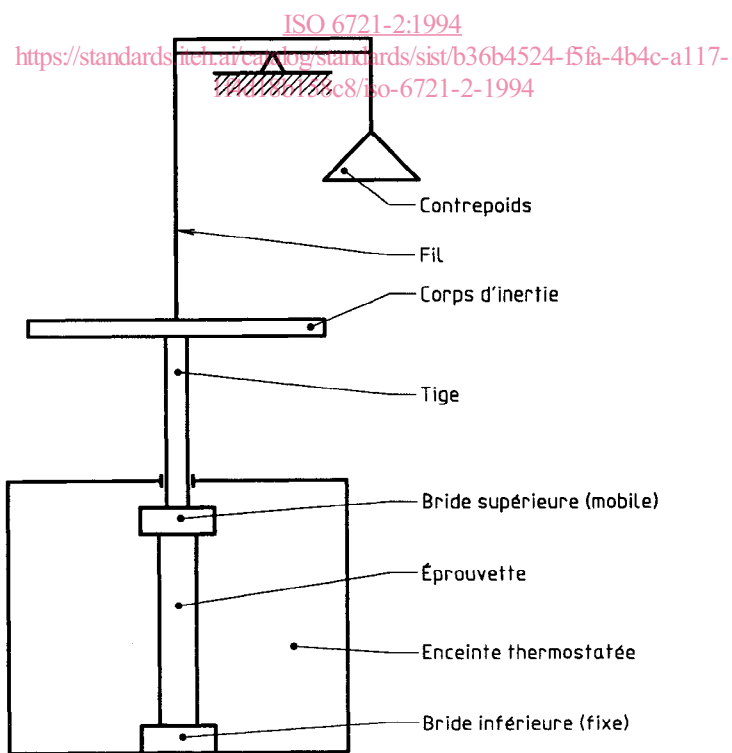


Figure 2 — Appareillage pour la méthode B

Durant une séquence de température, le corps d'inertie reste soit inchangé (il est résulte une fréquence décroissant naturellement avec un accroissement de la température), soit il peut être remplacé à intervalles de temps adéquats par un corps d'inertie ayant un moment d'inertie différent afin de maintenir une fréquence approximativement constante.

Durant l'essai, la fréquence et les amplitudes décroissantes sont mesurées. La composante de conservation G'_{t_0} et la composante de perte G''_{t_0} du module complexe en torsion $G^*_{t_0}$ peuvent être calculées à partir de ces grandeurs.

5 Appareillage

5.1 Pendule

Deux types de pendules de torsion sont prescrits dans la présente partie de l'ISO 6721, à savoir:

- le corps d'inertie est supporté par l'éprouvette et l'extrémité basse de l'éprouvette est excitée (méthode A, figure 1);
- le corps d'inertie est supporté par un contrepoids à l'aide d'un fil et l'extrémité supérieure de l'éprouvette est excitée (méthode B, figure 2).

Les deux types de pendules de torsion consistent en un corps d'inertie, deux brides pour fixer l'éprouvette (dont l'une est reliée au corps d'inertie par l'intermédiaire d'une tige) et une enceinte thermostatée contenant l'éprouvette et les brides. Pour la méthode B est utilisé de plus un contrepoids supportant le corps d'inertie à l'aide d'un fil.

5.2 Corps d'inertie

Le moment d'inertie I du corps d'inertie, qui peut être en aluminium par exemple, doit être sélectionné en fonction de la rigidité en torsion de l'éprouvette, de façon que la fréquence naturelle du système dépendant de la température soit située approximativement entre 0,1 Hz et 10 Hz.

Pour l'essai d'éprouvettes normalisées (voir 6.1), un moment d'inertie I d'environ $3 \times 10^{-5} \text{ kg}\cdot\text{m}^2$ est recommandé si le même corps d'inertie est à utiliser tout au long d'un essai.

NOTE 1 Pour certains matériaux, par exemple des polymères chargés, une valeur de I d'environ $5 \times 10^{-5} \text{ kg}\cdot\text{m}^2$ peut être nécessaire.

Si une fréquence constante, dans un large domaine de températures, est souhaitée, des corps d'inertie interchangeable avec différentes valeurs de I peuvent être utilisés, de façon à permettre une variation par paliers du moment d'inertie de moins de 20 %, ce qui équivaut à une correspondance par paliers de la fréquence de moins de 10 %. Pour l'essai avec des éprouvettes normalisées (voir 6.1) à une fréquence d'environ 1 Hz, un moment d'inertie maximal d'environ $3 \times 10^{-3} \text{ kg}\cdot\text{m}^2$ est recommandé.

5.2.1 Méthode A (voir figure 1)

La masse totale du corps d'inertie, de la bride inférieure et de la tige de liaison doit être telle que la masse W supportée par l'éprouvette ne soit pas trop élevée [voir annexe A, équation (A.2)].

5.2.2 Méthode B (voir figure 2)

La masse totale du corps d'inertie, de la bride supérieure et de la tige doit être compensée à l'aide d'un contrepoids convenable, de façon à minimiser la force longitudinale W sur l'éprouvette [voir annexe A, équation (A.2)]. Le fil supportant ces parties est une partie élastique du système d'oscillation.

5.3 Brides

Les brides doivent être conçues de façon à prévenir tout mouvement dans la zone bridée des éprouvettes. Elles doivent être autoalignantes pour maintenir l'alignement de l'axe de l'éprouvette avec l'axe de rotation et être capables de sauvegarder l'éprouvette pour toute la gamme de températures sans distorsion et de permettre ainsi la détermination précise de la longueur libre de l'éprouvette.

La bride mobile doit avoir une masse faible.

Le moment d'inertie de tout le système (comportant la bride mobile, le corps d'inertie et la tige de liaison) doit être déterminé expérimentalement.

Afin d'éviter la conduction de la chaleur de l'éprouvette vers l'entourage de l'enceinte thermostatée et vice versa, la tige de liaison, la bride mobile et le corps d'inertie doivent être des isolants thermiques.

5.4 Dispositif générateur d'oscillation

Le dispositif d'oscillation doit être capable d'appliquer au pendule une pulsation en torsion avec un angle de torsion ne dépassant pas $1,5^\circ$ dans chaque direction pour les matériaux courants, ou ne dépassant pas 3° dans chaque direction pour les matériaux à faible module (tels que les élastomères).

5.5 Équipement pour l'enregistrement de la fréquence et de l'amplitude des oscillations

Des systèmes d'enregistrement optiques, électriques ou autres peuvent être utilisés à la condition qu'ils n'influencent pas le système d'oscillation. L'équipement entier pour le mesurage de la fréquence et de l'amplitude des oscillations doit être précis à $\pm 1\%$ ($\pm 5\%$ dans la zone de transition).

Voir ISO 6721-1:1994, 5.3.

5.6 Enceinte thermostatée

Voir ISO 6721-3:1994, paragraphe 5.3.

5.7 Fourniture de gaz

De l'air ou un gaz inerte approprié doit être utilisé pour les besoins de purge.

5.8 Dispositif pour le mesurage de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 5.5.

5.9 Dispositifs pour le mesurage des dimensions des éprouvettes

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 5.6.

6 Éprouvettes

Voir ISO 6721-1:1994, article 6.

6.1 Forme et dimensions

Il est recommandé d'utiliser des éprouvettes rectangulaires ayant les dimensions suivantes:

longueur libre, L :	40 mm à 120 mm, recommandée 50 mm
largeur, b :	5 mm à 11 mm, recommandée 10 mm
épaisseur, h :	0,15 mm à 2 mm, recommandée 1 mm

Les éprouvettes à section transversale rectangulaire dont la valeur de l'épaisseur et/ou de la largeur varie de plus de 3 % le long de l'axe principal de l'éprouvette par rapport à la valeur moyenne doivent être éliminées. Pour comparer des éprouvettes en différents matériaux, les dimensions des éprouvettes doivent être identiques. Les dimensions d'éprouvette différentes de celles recommandées (50 mm \times 10 mm \times 1 mm) doivent être choisies de façon qu'une similitude géométrique par rapport à la forme de l'éprouvette recommandée soit assurée.

Des variantes de formes d'éprouvettes peuvent être utilisées (par exemple, forme cylindrique ou tubulaire); dans ces cas, les dimensions et les tolérances doivent être agréées par les parties intéressées.

6.2 Préparation

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 6.2.

7 Nombre d'éprouvettes

Voir ISO 6721-1:1994, article 7.

8 Conditionnement

Voir ISO 6721-1:1994, article 8.

Si un conditionnement mécanique de l'éprouvette est requis, l'éprouvette doit être soumise à une torsion d'un angle supérieur à 5° mais inférieur à 90° dans les deux directions par rapport à l'axe de l'essai de torsion avec retour à la position normale.

9 Mode opératoire

9.1 Atmosphère d'essai

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.1.

9.2 Mesurage de la section transversale de l'éprouvette

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.2.

9.3 Montage des éprouvettes

Fixer l'éprouvette entre les brides supérieure et inférieure. L'axe longitudinal de l'éprouvette doit coïncider avec l'axe de rotation du système oscillant. Un mauvais alignement de l'éprouvette peut occasionner des oscillations latérales qui interféreront avec le processus normal d'oscillation.

Après le bridage de l'éprouvette, mesurer la distance entre les brides (longueur libre L) à 0,5 % près. Après le montage du système oscillant dans l'enceinte, vérifier que l'éprouvette n'est pas soumise à une contrainte.

Après avoir assemblé le système d'oscillation avec l'éprouvette et après avoir vérifié leur alignement, mettre en route le chauffage ou le refroidissement (voir 9.4).

9.4 Variation de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4.

9.5 Réalisation de l'essai

Provoquer les oscillations libres par torsion du pendule (5.1) au moyen du dispositif générateur d'oscillation (5.4).

Enregistrer la fréquence d'oscillation et l'amplitude d'oscillation pendant qu'elle décroît.

S'assurer que la décroissance de l'amplitude n'est due ni au frottement entre les parties mobiles et fixes de l'appareillage, ni à un comportement non linéaire du matériau soumis à l'essai (voir ISO 6721-1:1994, annexe B).

Dans le cas d'une fréquence maintenue fixe durant un essai de température, s'assurer de l'échange adéquat des corps d'inertie.

10 Expression des résultats

10.1 Symboles et facteurs de correction

b	largeur, en mètres, d'une éprouvette rectangulaire
h	épaisseur, en mètres, d'une éprouvette rectangulaire
L	longueur libre, en mètres, de l'éprouvette
I	moment d'inertie, exprimé en kilogrammes mètres carrés, du corps d'inertie (en incluant, si cela est nécessaire, la bride mobile et la tige de liaison)
f_d	fréquence, en hertz, du système d'oscillation amortie
f_0	fréquence, en hertz, du système d'oscillation du pendule utilisé dans la méthode B, sans éprouvette

Δ décrétement logarithmique des oscillations amorties du pendule avec éprouvette

Δ_0 décrétement logarithmique des oscillations amorties du pendule utilisé dans la méthode B, sans éprouvette

F_g facteur dimensionnel, exprimé en mètres à la puissance moins trois, pour une éprouvette

Pour des éprouvettes ayant une section transversale rectangulaire

$$F_g = 3L/bh^3 F_c \quad \dots (1)$$

où F_c est le facteur de correction dimensionnel.

Si $0 \leq h/b \leq 0,6$

$$F_c = 1 - 0,63h/b \quad \dots (2)$$

Si $0,6 \leq h/b \leq 1$

$$F_c = 0,843/(1 + h^2/b^2) \quad \dots (3)$$

Pour des éprouvettes ayant une section transversale circulaire

$$F_g = 32L/\pi d^4 \quad \dots (4)$$

où d est le diamètre, en mètres, de l'éprouvette

F_d facteur de correction d'amortissement, donné par l'équation

$$F_d = 1 - (\Delta/2\pi)^2 \quad \dots (5)$$

G'_{to} module de conservation en torsion, en pascals, de l'éprouvette

G''_{to} module de perte en torsion, en pascals, de l'éprouvette

NOTES

2 Pour les raisons invoquées dans l'annexe B, le symbole F_d pour le facteur de correction d'amortissement a un indice différent de celui utilisé auparavant dans l'ISO 537 (annulée à présent).

3 Les équations (2) et (3), sont seulement approximativement justes, l'erreur maximale étant de 0,9 % (voir annexe C).

4 Le facteur dimensionnel ne contient pas les corrections de la longueur concernant les effets de bridage. En conséquence, seulement des mesurages réalisés avec des rapports identiques entre l'épaisseur, la largeur et la longueur de l'éprouvette donnent précisément des résultats comparables (voir ISO 6721-1:1994, tableau 1 et note 7).

10.2 Calcul du décrement logarithmique Λ

Le décrement logarithmique Λ peut être calculé à l'aide de l'une des équations suivantes:

$$\Lambda = \ln(X_q/X_{q+1}) \quad \dots (6)$$

où X_q et X_{q+1} sont les amplitudes de deux oscillations successives dans la même direction (voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 3.10).

Pour le calcul de Λ à partir d'amplitudes de deux oscillations p et q dans la même direction, utiliser l'équation

$$\Lambda = \frac{1}{p-q} \ln(X_q/X_p) \quad \dots (7)$$

où

X_p est l'amplitude de la $p^{\text{ième}}$ oscillation;

X_q est l'amplitude de la $q^{\text{ième}}$ oscillation.

L'équation suivante doit être utilisée dans le cas d'amplitudes ne pouvant être enregistrées avec une ligne de base précise de la courbe sinusoidale amortie (voir figure 3):

$$\Lambda = \ln(X_q^*/X_{q+1}^*) = \frac{1}{p-q} \ln(X_q^*/X_p^*) \quad \dots (8)$$

où X_p^* , ..., X_q^* , X_{q+1}^* sont les différences entre les amplitudes positives et négatives successives des oscillations:

$$X_q^* = X_q^+ - X_q^-$$

NOTE 5 L'équation (8) compense seulement dans le cas d'un décalage constant de la ligne de base et non pour une ligne de base dépendant du temps qui dérive pendant les vibrations respectives amorties. Les dérives ultérieures représentent la partie non oscillante de la relaxation, suivant la pulsation unique de démarrage de l'oscillation. Celles-ci peuvent essentiellement être diminuées en utilisant des démarrages à double pulsation dans des directions opposées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6721-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b36b4524-f5fa-4b4c-a117-1f4d18b158c8/iso-6721-2-1994>

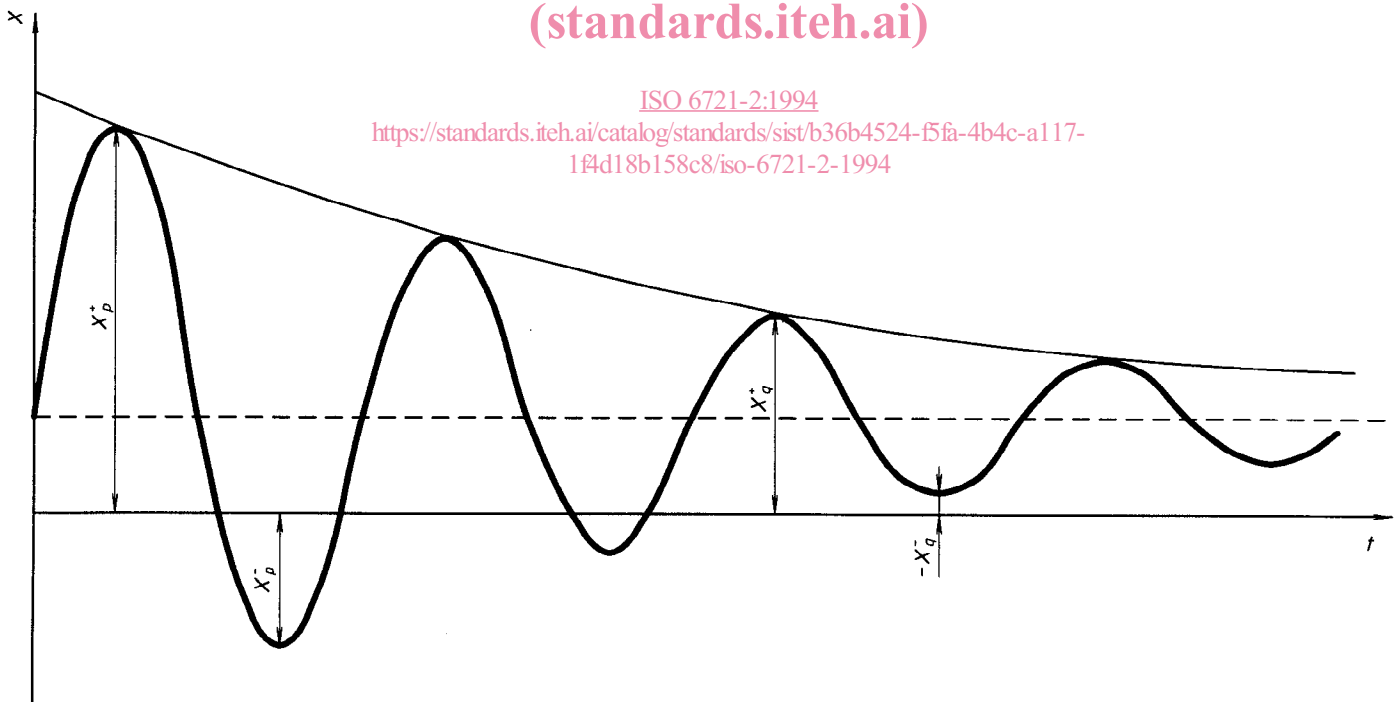


Figure 3 — Amplitude X en fonction du temps d'une vibration amortie avec décalage de la ligne de base

10.3 Calcul du module de conservation en torsion G'_{to}

Le module de conservation en torsion (voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 3.2) d'une éprouvette ayant une section transversale rectangulaire peut être calculé à l'aide de l'équation

$$G'_{to} = 4\pi^2 I (f_d^2 F_d - f_0^2) F_g \quad \dots (9)$$

Dans le cas d'une section transversale rectangulaire avec un rapport h/b faible [voir équations (1) et (2)] et après substitution dans l'équation (5), on obtient

$$G'_{to} = 12\pi^2 I_d^2 [1 - (\Lambda/2\pi)^2 - (f_0/f_d)^2] \times \\ \times L/bh^3 F_c \quad \dots (10)$$

où $f_0 = 0$ pour la méthode A.

Pour des matériaux similaires à des caoutchoucs, les forces élevées longitudinales agissant sur l'éprouvette doivent être évitées (voir annexe A).

10.4 Calcul du module de perte en torsion G''_{to}

Le module de perte en torsion G''_{to} (voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 3.3) peut être calculé à l'aide de l'équation

$$G''_{to} = 4\pi I_d^2 (\Lambda - \Lambda_0) F_g \quad \dots (11)$$

où $\Lambda_0 = 0$ pour la méthode A.

Si $\Lambda_0 \ll \Lambda$ pour la méthode B, dans le cas d'une section transversale rectangulaire avec un rapport h/b faible [voir équations (1) et (2)] et après substitution dans l'équation (5), on obtient

$$G''_{to} = 12\pi I_d^2 \Lambda L/bh^3 F_c \quad \dots (12)$$

11 Fidélité

La fidélité de cette technique a été déterminée à partir de résultats interlaboratoires avec la participation de 15 laboratoires [7].

La fidélité interlaboratoire était la suivante:

pour G'_{to} dans la zone vitreuse:	$\pm 7 \%$
pour G'_{to} à la température de transition vitreuse:	$\pm 30 \%$
pour G''_{to} en dessous de la température de transition vitreuse:	$\pm 10 \%$

En utilisant la valeur de G'_{to} ou G''_{to} , la température de transition vitreuse a pu être déterminée à 3 °C près. Les valeurs de fidélité intralaboratoire obtenues dans des conditions de répétabilité furent d'environ la moitié des valeurs de fidélité interlaboratoire obtenues dans des conditions de reproductibilité.

NOTE 6 La température de transition vitreuse a été déterminée par le point d'inflexion de la courbe de $\log G''_{to}$ en fonction de la température ou par le maximum de la courbe G''_{to} en fonction de la température associée à la transition vitreuse.

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 6721 et à la méthode (c'est-à-dire type de pendule) utilisée (A ou B), par exemple ISO 6721-2B;
- a) à m): voir ISO 6721-1:1994, article 12, points b) à m);
- n) dans le cas d'une fréquence fixe: fréquence choisie et variation correspondante résultant de l'échange du corps d'inertie;
- o) dans le cas d'un corps d'inertie inchangé: gamme de fréquences entre la température minimale et la température maximale;
- p) dans le cas de la méthode A: masse du corps d'inertie utilisé.