

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6721-4

Première édition
1994-11-01

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

Partie 4:
Vibration en traction — Méthode hors
résonance

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/684835a5-f7b0-434d-803c-9150d17b8230/iso-6721-4-1994>
ISO 6721-4:1994
*Plastics — Determination of dynamic mechanical properties —
Part 4: Tensile vibration — Non-resonance method*



Numéro de référence
ISO 6721-4:1994(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 6721-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*.

Conjointement avec les autres parties de l'ISO 6721, elle annule et remplace l'ISO 537:1989 et l'ISO 6721:1983, lesquelles ont 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*

© 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 4:

Vibration en traction — Méthode hors résonance

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6721 prescrit une méthode d'oscillation forcée hors résonance pour la détermination des composantes du module complexe en traction E^* des polymères dans le domaine des fréquences comprises entre 0,01 Hz et 100 Hz. Cette méthode s'avère appropriée pour mesurer les modules de conservation dynamiques dans la plage allant de 0,01 GPa à 5 GPa. Bien qu'il soit possible d'étudier d'autres matériaux caractérisés par des modules en dehors de cette plage, il convient que les autres modes de déformation permettent d'obtenir une plus grande exactitude (à savoir un mode en cisaillement pour $E' < 0,01$ GPa et un mode en flexion pour $E' > 5$ GPa — voir ISO 6721-3).

Cette méthode s'avère également particulièrement bien adaptée pour permettre un mesurage des facteurs de perte supérieurs à 0,1; elle peut donc être utilisée pour étudier la variation des propriétés dynamiques en fonction de la température et de la fréquence dans la presque totalité de la zone de relaxation de l'état vitreux à l'état caoutchouteux (voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4). Le fait que des données déterminées sur de larges plages de fréquences et de températures soient disponibles permet d'établir des graphiques d'ensemble présentant les propriétés dynamiques sur une large gamme de fréquences à différentes températures. Pour réaliser ces graphiques, on applique les méthodes de décalage de la fréquence et de la température.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées 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.*

ISO 6721-3:1994, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 3: Vibration en flexion — Méthode en résonance.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6721, les définitions données dans l'ISO 6721-1:1994, article 3, s'appliquent.

4 Principe

L'éprouvette est soumise à une déformation ou à une force de traction sinusoïdale, à une fréquence nettement inférieure à la fréquence fondamentale de résonance pour la méthode longitudinale extrémité encastree/extrémité libre (voir 10.2.1). On mesure les

amplitudes des forces et des cycles de déplacement appliqués à l'éprouvette, ainsi que l'angle de phase entre ces cycles. Les composantes de conservation et de perte du module complexe en traction ainsi que le facteur de perte sont calculés à l'aide des équations données dans l'article 10.

5 Dispositif d'essai

5.1 Dispositif de mise en charge

Les exigences requises de l'appareillage doivent permettre de mesurer l'amplitude des signaux des capteurs de force et de déplacement, ainsi que leur angle de phase, l'éprouvette étant soumise à une déformation ou à une force de traction sinusoïdale. Il est possible d'utiliser différentes versions d'appareillage (la figure 1 en représente une version appropriée). La force sinusoïdale produite par la table de vibrations V est appliquée à l'une des extrémités de l'éprouvette S par l'intermédiaire du mors C₁. L'amplitude et la fréquence du déplacement de la table de vibrations sont variables. Elles sont contrôlées par le transducteur D. L'élément qui relie V et C₁ doit être beaucoup plus rigide que l'éprouvette et doit présenter une faible conductance thermique si l'éprouvette doit être incluse dans une enceinte thermostatée.

NOTE 1 Bien que les éléments du dispositif de mise en charge puissent présenter une rigidité beaucoup plus élevée que l'éprouvette, la présence de raccords par mors ou boulonnés peut accroître nettement la complaisance de l'appareillage. Si tel est le cas, il peut s'avérer nécessaire d'appliquer une correction sur la complaisance comme décrit en 10.2.3.

À l'autre extrémité de l'éprouvette, un deuxième mors C₂ est raccordé au transducteur de force F, lui-même supporté par un cadre rigide. L'élément qui relie C₂ et F doit également présenter une rigidité suffisante et une faible conductance thermique.

5.1.1 Mors

Les mors doivent permettre à la fois de serrer l'éprouvette avec une force suffisante pour éviter qu'elle ne glisse au cours de la déformation en traction, et de maintenir cette force aux températures peu élevées. Un mauvais alignement des mors par rapport au transducteur de force engendre une composante latérale de la force appliquée au transducteur pendant la mise en charge de l'éprouvette. L'alignement du dispositif de mise en charge et de l'éprouvette doit être tel que toute composante latérale enregistrée par le transducteur soit inférieure à 1 % de la force de traction appliquée. Il est recommandé d'utiliser des mors à alignement automatique pour maintenir l'ali-

gnement de l'axe de l'éprouvette avec celui du dispositif de mise en charge indépendamment de l'épaisseur de l'éprouvette.

L'établissement de la correction sur la longueur (voir 10.2.4) nécessite de mesurer la rigidité de l'éprouvette pour diverses valeurs de sa longueur telle que définie par la distance entre mors. Ces mesurages peuvent être effectués sur une seule éprouvette si l'un des mors comporte un orifice au centre de sa base par lequel l'éprouvette peut passer au fur et à mesure de la réduction de la distance entre mors.

5.1.2 Transducteurs

Le terme «transducteur» utilisé dans la présente partie de l'ISO 6721 désigne tout dispositif susceptible de mesurer la force appliquée ou le déplacement, ou le rapport de ces grandeurs, en fonction du temps. La traçabilité des étalonnages des transducteurs par rapport aux normes nationales, pour le mesurage de la force et de la longueur, doit être garantie. Les étalonnages doivent être effectués avec une exactitude de $\pm 2\%$ pour ce qui concerne les amplitudes minimales des cycles de force et de déplacement auxquels sont soumises les éprouvettes en vue de la détermination de leurs propriétés dynamiques.

5.2 Équipement de traitement électronique des données

L'équipement de traitement des données doit permettre d'enregistrer les amplitudes des signaux fournis par les capteurs de force et de déplacement avec une exactitude de $\pm 1\%$, leur angle de phase avec une exactitude de $\pm 0,1^\circ$, et la fréquence avec une exactitude de $\pm 10\%$.

5.3 Contrôle et mesurage de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphes 5.3 et 5.5.

5.4 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 de section transversale rectangulaire pour faciliter l'application de la charge. La largeur et l'épaisseur ne doivent

pas varier de plus de 3 % de la valeur moyenne, sur toute la longueur de l'éprouvette. Lorsque les résultats doivent être caractérisés par un degré d'exactitude élevé, il est conseillé d'utiliser une éprouvette de longueur suffisante pour permettre une distance entre mors d'environ 100 mm (ou plus) afin de parvenir à une exactitude appropriée lors de la détermination de la déformation en traction dynamique. Il est également recommandé que la longueur d'éprouvette située entre les mors soit supérieure à six fois la largeur de l'éprouvette pour alléger la contraction transversale de celle-ci, ce qui rend négligeable la contrainte exercée par les mors.

Les dimensions de la section transversale ne sont pas critiques. Pour les conditions d'essai dans lesquelles le polymère présente un comportement vitreux, une aire de la section transversale suffisamment petite doit être choisie pour que la table de vibrations puisse produire des déplacements en traction susceptibles d'être mesurés avec une exactitude appropriée. Par contre, lorsque le polymère présente un comportement caoutchouteux, il peut être nécessaire d'utiliser une plus grande aire pour parvenir à une exactitude suffisante lors du mesurage de la force.

NOTE 2 Une variation des propriétés dynamiques peut être observée sur des éprouvettes de différents épaisseurs préparées par moulage par injection en raison des différences que peut présenter la structure du polymère qui constitue ces éprouvettes.

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.

9 Mode opératoire

9.1 Atmosphère d'essai

Voir ISO 6721-1, paragraphe 9.1.

9.2 Mesurage de la section transversale de l'éprouvette

Voir ISO 6721-1, paragraphe 9.2.

9.3 Serrage de l'éprouvette

Monter l'éprouvette entre les mors et appliquer une force de serrage suffisante pour l'empêcher de glisser quelles que soient les conditions d'essai. S'il apparaît que les valeurs de mesure dépendent de la pression de serrage, il convient d'utiliser de préférence une pression constante lors de la totalité des mesurages, en particulier en cas d'application d'une correction sur la longueur (voir 10.2.4).

NOTE 3 S'il apparaît que les valeurs de mesure varient selon la pression de serrage, la surface encastrée de l'éprouvette est probablement trop petite. L'utilisation de mors ayant une plus grande surface ou d'une éprouvette plus large devrait permettre de résoudre ce problème.

9.4 Variation de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4.

9.5 Réalisation de l'essai

Appliquer à l'éprouvette une force de traction statique suffisante pour éviter tout effet de flambage dû à la partie décroissante de la charge dynamique appliquée. Appliquer ensuite une force dynamique engendrant des amplitudes pour les signaux fournis par les capteurs de force et de déplacement, qui soient susceptibles d'être mesurées par les transducteurs avec l'exactitude présente en 5.1.2.

NOTE 4 Si la déformation en traction dépasse la limite jusqu'à laquelle on obtient un comportement linéaire, les propriétés dynamiques qui en découlent dépendent de la grandeur de la déformation appliquée. Cette limite varie suivant la composition du polymère et selon la température; elle se situe habituellement à environ 0,2 % pour les plastiques à l'état vitreux.

Enregistrer les amplitudes des signaux fournis par les capteurs de force et de déplacement, la fréquence des signaux et leur différence de phase, ainsi que la température d'essai. Lorsque les mesurages doivent être réalisés sur des plages de fréquences et de températures, il est recommandé de commencer par la température la plus basse et d'effectuer les mesurages en augmentant la fréquence tout en maintenant la température constante. Répéter les mesurages dans la même gamme de fréquences à la valeur de température immédiatement supérieure (voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4).

Pour les conditions d'essai dans lesquelles le polymère présente une perte élevée ou moyenne (comme dans la zone de transition de l'état vitreux à l'état caoutchouteux), l'énergie dissipée par le polymère peut augmenter sa température de manière suffisante

pour engendrer une variation significative de ses propriétés dynamiques. Toute hausse de température s'accroît rapidement au fur et à mesure qu'augmentent la fréquence et l'amplitude de la déformation. Si l'équipement électronique de traitement des données peut analyser les données fournies par le transducteur pendant les premiers cycles, l'influence des hausses de température sera réduite au minimum. Les valeurs de mesure obtenues ultérieurement décroissent ensuite avec le temps, alors que la température de l'éprouvette continue d'augmenter. Ces observations impliquent la nécessité de faire preuve de prudence lors de la présentation et de l'interprétation des résultats obtenus.

10 Expression des résultats

10.1 Symboles

L_a	longueur d'éprouvette entre les mors, en mètres
l	terme de correction appliqué à la longueur, en mètres
b	largeur de l'éprouvette, en mètres
d	épaisseur de l'éprouvette, en mètres
f	fréquence de mesurage, en hertz
s_A	valeur mesurée pour l'amplitude du déplacement dynamique, en mètres
ΔF_A	valeur mesurée pour l'amplitude de la force dynamique, en newtons
δ_{Ea}, δ_E	respectivement, valeur mesurée et valeur corrigée de la différence de phase entre les cycles de la force et les cycles de déplacement, en degrés
k_a, k	respectivement, grandeur mesurée et grandeur corrigée de la rigidité complexe de l'éprouvette, en newtons par mètre
E'_a, E'	respectivement, module de conservation en traction apparent et module de conservation corrigé, en pascals
E''	module de perte en traction, en pascals
$\tan \delta_{Ea}, \tan \delta_E$	respectivement, facteur de perte en traction apparent et facteur de perte en traction corrigé

k_F	rigidité du transducteur de force, en newtons par mètre
m_F	masse, en kilogrammes, de la partie de l'équipement de mise en charge située entre le transducteur de force et l'éprouvette
k_∞	valeur mesurée, en newtons par mètre, pour la rigidité d'une éprouvette en acier dont les dimensions de la section transversale sont les dimensions maximales susceptibles d'être acceptées par les mors (voir note 5). Cette éprouvette doit être au moins 100 fois plus rigide que la plus rigide des éprouvettes en polymère à essayer

NOTE 5 La grandeur de k_∞ fournit une estimation de la rigidité de l'équipement de mise en charge qui équivaut à un ressort relié en série à l'éprouvette, et permet de déduire une correction en raison de la complaisance de l'appareillage (voir 10.2.3).

10.2 Calcul du module de conservation en traction E'

L'équation suivante permet de déterminer une valeur approximative du module de conservation en traction E'_a .

$$E'_a = \frac{\Delta F_A}{s_A} \times \frac{L_a}{bd} \cos \delta_{Ea} = \frac{k_a L_a}{bd} \cos \delta_{Ea} \quad \dots (1)$$

10.2.1 Prévention de la résonance de l'éprouvette

L'équation (1) perd sa validité au fur et à mesure que la fréquence d'excitation se rapproche de la fréquence fondamentale de résonance longitudinale f_s de l'éprouvette donnée par

$$f_s = \frac{1}{2L_a} \left(\frac{E'_a}{\rho} \right)^{1/2} \quad \dots (2)$$

où ρ est la masse volumique, en kilogrammes par mètres cube, du polymère. Une erreur commise lors de l'utilisation de l'équation (1) devient significative aux fréquences appliquées telles que

$$f \geq \frac{0,02}{L_a} \left(\frac{E'_a}{\rho} \right)^{1/2} \quad \dots (3)$$

Pour cette raison, le calcul des propriétés dynamiques doit être limité aux fréquences inférieures à celle donnée par l'équation (3).

10.2.2 Correction en fonction de la résonance du transducteur

Aux fréquences suffisamment élevées, la déformation appliquée excite le transducteur de force en résonance. La fréquence de résonance f_F est donnée par

$$f_F = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{k_F}{m_F} \right)^{1/2} \quad \dots (4)$$

La valeur de sortie du transducteur comporte une erreur significative à toutes les fréquences appliquées telle que

$$f > 0,1f_F \quad \dots (5)$$

La fréquence de résonance f_F du transducteur de force et de la masse supportée m_F peut être directement déterminée en enregistrant la fréquence propre de la valeur fournie par le transducteur après percussion du mors fixé sans éprouvette.

Une valeur approximative satisfaisante de la rigidité de l'éprouvette corrigée de la résonance du transducteur est obtenue à l'aide de l'équation

$$k = k_a \left(1 - \frac{4\pi^2 m_F f^2}{k_F} \right) = k_a \left(1 - \frac{f^2}{f_F^2} \right) \quad \dots (6)$$

Il est recommandé d'utiliser les équations (4) et (5) pour choisir un transducteur de force ayant une fréquence de résonance au-dessus de la gamme de fréquence qui impose d'appliquer une correction à la valeur mesurée pour la force.

10.2.3 Correction en fonction de la complaisance de l'appareillage

Si k_a est supérieur à $0,02 k_{\infty}$, la complaisance de l'appareillage d'essai n'est pas négligeable et le déplacement mesuré diffère nettement de celui de l'éprouvette. La correction suivante doit donc être appliquée:

$$k \cos \delta_E = \frac{k_a (\cos \delta_{Ea} - k_a/k_{\infty})}{1 - 2(k_a/k_{\infty}) \cos \delta_{Ea}} \quad \dots (7)$$

où δ_E est donné par l'équation (10). La valeur de $k \cos \delta_E$ obtenue à partir de l'équation (7) doit être utilisée au lieu de $k_a \cos \delta_{Ea}$ dans l'équation (1) pour obtenir une estimation plus exacte de E'_a .

NOTE 6 La correction en fonction de la complaisance n'est pas nécessaire si le transducteur de déplacement est situé de façon à pouvoir mesurer la variation de la distance entre mors ou si des extensomètres sont fixés sur l'éprouvette.

10.2.4 Application d'une correction sur la longueur

Le fait d'utiliser la mesure de la distance entre mors L_a pour désigner la longueur de l'éprouvette dans l'équation (1) implique que l'on ne tient pas compte des distorsions de l'éprouvette encastrée dans le mors ou à proximité de celui-ci. Le fait d'appliquer une petite correction à L_a de manière que la longueur effective soit égale à $L_a + l$, et le fait de supposer que l est indépendant de L_a permettent d'obtenir, à partir de l'équation (1),

$$E' = \frac{k(L_a + l)}{bd} \cos \delta_{Ea} \quad \dots (8)$$

relation dans laquelle une correction a été appliquée en fonction de la complaisance de l'appareillage si nécessaire, au moyen de l'équation (7). La valeur de la correction sur la longueur l peut être déterminée à partir des valeurs de mesure de la rigidité de l'éprouvette k pour plusieurs valeurs de la distance entre mors L_a . À partir de l'équation (8), le graphique représentant $1/(k \cos \delta_{Ea})$ par rapport à L_a permet de déterminer l à partir du segment intercepté pour $1/(k \cos \delta_{Ea} = 0$ et E') à partir du gradient.

NOTES

7 La valeur de l varie en fonction des dimensions de la section transversale de l'éprouvette et de la température si celle-ci engendre des variations importantes du module complexe.

8 L'établissement d'une correction sur la longueur n'est pas nécessaire si la déformation dynamique est mesurée au moyen d'extensomètres fixés sur l'éprouvette.

10.3 Calcul du facteur de perte en traction $\tan \delta_E$

Une valeur approximative du facteur de perte en traction est $\tan \delta_{Ea}$.

Si k_a est supérieur à $0,02 k_{\infty}$, la complaisance du dispositif de mise en charge influe sur l'exactitude du mesurage de l'angle de phase. Le facteur de perte doit alors être obtenu à l'aide de l'équation

$$\tan \delta_E = \frac{\tan \delta_{Ea}}{1 - \left(\frac{k_a}{k_{\infty} \cos \delta_{Ea}} \right)} \quad \dots (9)$$

NOTE 9 Si la complaisance du dispositif de mise en charge a pour origine les raccords de mors ou boulonnés, le frottement peut influencer sur le mesurage de l'angle de phase δ_{Ea} . L'erreur qui en résulte est d'autant plus importante que le rapport k_a/k_{∞} augmente. Cette source d'erreur peut être évitée en plaçant le transducteur de déplacement

de manière à permettre un mesurage de la variation de la distance entre mors, ou en fixant des extensomètres sur l'éprouvette.

10.4 Calcul du module de perte en traction

Le module de perte E'' doit être calculé à l'aide de l'équation

$$E'' = E' \tan \delta_E \quad \dots (10)$$

10.5 Présentation des données en fonction de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4.

11 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue

car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

12 Rapport d'essai

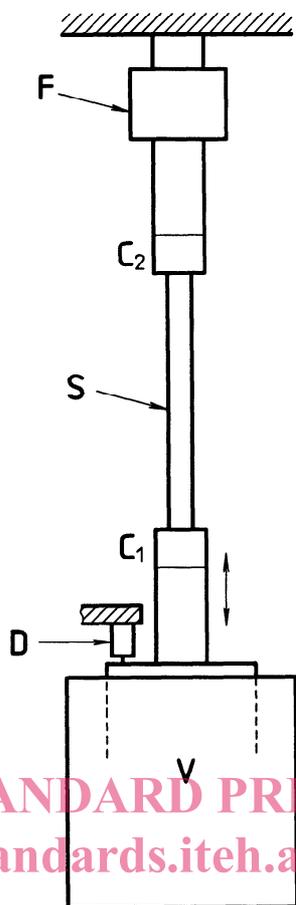
Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes.

- a) référence à la présente partie de l'ISO 6721;
- b) à m): voir ISO 6721-1:1994, article 12, points b) à m);
- n) amplitude de la déformation dynamique donnée de manière approximative par s_{Δ}/L_a

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6721-4:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/684835a5-f2b0-434d-803c-9150d17b8230/iso-6721-4-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/684835a5-f2b0-434d-803c-9150d17b8230/iso-6721-4-1994>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6721-4:1994

Légende:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/684835a5-f2b0-434d-803c-9150d17b8230/iso-6721-4-1994>

- F Transducteur de force
- C₁, C₂ Mors
- S Éprouvette
- D Transducteur de déplacement
- V Table de vibrations

Figure 1 — Schéma représentant un dispositif de mise en charge approprié, permettant de déterminer les modules complexes au moyen de la méthode hors résonance avec oscillations forcées en traction