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

Partie 6:

Vibration en cisaillement — Méthode hors
résonance

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Plastics — Determination of dynamic mechanical properties —

Part 6: ~~Shear vibration~~ Non-resonance method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acdc5d3b-635d-40bc-b527-a114d6b1a5ff/iso-6721-6-1996>



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 6721-6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 2, *Propriétés mécaniques*

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*
- *Partie 8: Vibrations longitudinale et en cisaillement — Méthode de propagation des ondes*
- *Partie 9: Vibration en traction — Méthode de propagation des signaux acoustiques*
- *Partie 10: Viscosité dynamique en cisaillement à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à plateaux parallèles*

© ISO 1996

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 6:

Vibration en cisaillement — 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 cisaillement G^* 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 0,1 MPa à 50 MPa. Bien qu'il soit possible d'étudier des matériaux caractérisés par des modules supérieurs à 50 MPa, des valeurs de mesure plus exactes de leurs propriétés dynamiques peuvent être obtenues en utilisant un mode de déformation en torsion (voir parties 2 et 7 de l'ISO 6721).

Cette méthode s'avère 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 6721-2:1994, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 2: Méthode au pendule de torsion.*

ISO 6721-7:1996, *Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques — Partie 7: Vibration en torsion — Méthode hors résonance.*

3 Définitions

Voir ISO 6721-1:1994, article 3.

4 Principe

Une éprouvette composite est soumise à une déformation sinusoidale ou à un effort de cisaillement sinusoidal à une fréquence nettement inférieure à la fréquence fondamentale de résonance en cisaillement (voir 10.2.1). On mesure les amplitudes des cycles de force et de déplacement appliqués à l'éprouvette composite ainsi que l'angle de phase entre ces cycles. Les composantes de conservation et de perte du module complexe en cisaillement ainsi que le facteur de perte sont calculés à l'aide des équations données dans l'article 10.

5 Appareillage

5.1 Dispositif de mise en charge

Les exigences requises du dispositif de mise en charge doivent permettre de mesurer l'amplitude des cycles de force et de déplacement, ainsi que leur

angle de phase, l'éprouvette composite étant soumise à une déformation sinusoïdale ou à un effort de cisaillement sinusoïdal. Il est possible d'utiliser différents modèles d'appareillage (la figure 1 en représente une version appropriée). L'éprouvette composite soumise au cisaillement se compose de deux éprouvettes S identiques, soudées à des blocs de métal, P₁ et P₂. La force sinusoïdale produite par la table de vibrations V est appliquée aux deux blocs P₁ et situés aux deux extrémités de l'éprouvette composite par l'intermédiaire du dispositif de serrage C₁ de la plate-forme de charge en cisaillement. L'amplitude et la fréquence du déplacement de la table de vibrations sont variables. Elles sont contrôlées par le transducteur D. L'éprouvette composite est maintenue en son centre P₂ par un mors fixe C₂, ce qui permet de soumettre les deux éprouvettes S de polymère à des déformations simples en cisaillement d'ampleur égale. La force sinusoïdale appliquée au cours de la déformation de l'éprouvette composite est contrôlée par un transducteur de force F relié à C₂. Les éléments qui relient le mors C₁ et V, et C₂ et F, doivent être beaucoup plus rigides que l'éprouvette composite et doivent présenter une faible conductibilité thermique si l'éprouvette composite 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'assemblage d'essai, la présence de raccords boulonnés ou de mors de serrage peut accroître nettement l'élasticité de l'appareillage. Si tel est le cas, il peut s'avérer nécessaire d'appliquer une correction sur l'élasticité comme décrit en 10.2.3.

Il est possible d'utiliser un dispositif de serrage susceptible de soumettre une seule éprouvette de polymère à une déformation simple en cisaillement; toutefois, si c'est le cas, des précautions doivent être prises pour éviter que le couple introduit dans le dispositif de mise en charge, du fait de l'application de la charge à l'éprouvette, n'influe pas sur les mesurages de l'effort dynamique de cisaillement et du déplacement. Les mesurages de la déformation subie par l'éprouvette peuvent également être réalisés après avoir positionné le transducteur de déplacement de manière à pouvoir mesurer le déplacement relatif des deux parties C₁ et C₂ de la plate-forme de charge. L'ampleur de la correction apportée en fonction de l'élasticité du dispositif de mise en charge est, dans ce cas, minime ou négligeable (voir 10.2.3).

5.1.1 Plate-forme de charge

La plate-forme de charge en cisaillement doit permettre, d'une part, de serrer l'éprouvette composite avec une force suffisante pour éviter tout mouvement relatif des blocs de métal P qui font partie intégrante de l'éprouvette composite et des mors de la plate-forme de charge et, d'autre part, de maintenir cette force à des températures plus élevées. Un mauvais alignement de la plate-forme de charge par rapport au

transducteur de force produit une composante latérale de la force appliquée au transducteur pendant la mise en charge de l'éprouvette composite. L'alignement du dispositif de mise en charge de l'éprouvette composite doit être tel que la composante latérale enregistrée par le transducteur soit inférieure à 1 % de la force longitudinale appliquée.

5.1.2 Transducteurs

Le terme «transducteur» utilisé dans la présente partie de l'ISO 6721 désigne tout dispositif susceptible de mesurer l'effort appliqué 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 $\pm 2\%$ en ce qui concerne les amplitudes minimales des cycles de force et de déplacement auxquels sont soumises les éprouvettes composites 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 Assemblage d'essai

Voir ISO 6721-1:1994, article 6.

6.1 Forme et dimensions

La figure 2 représente un modèle approprié d'éprouvette composite devant être soumise à une force de cisaillement. Dans le cas représenté, les blocs de métal P sont cylindriques mais la forme de leur section transversale est indifférente, pour autant que leurs extrémités puissent être solidement fixées dans la plate-forme de charge en cisaillement. Les dimensions des blocs et des éprouvettes de polymère S doivent être choisies de manière que la déformation subie par les premiers sous l'effet de la charge appliquée soit négligeable en comparaison avec celle subie

par les éprouvettes. Dans le cas d'un polymère caractérisé par un module de cisaillement inférieur à 100 Pa, cela signifie que l'épaisseur des blocs peut être comparable à l'épaisseur L des éprouvettes.

La forme de la section transversale des éprouvettes de polymère dans le plan des faces soudées n'est pas critique, bien qu'il soit recommandé de leur conférer une section rectangulaire pour rendre plus aisée l'application d'un terme de correction reflétant l'influence de la flexion sur la déformation de l'éprouvette — voir équation (1) en 10.2. Les éprouvettes peuvent donc être découpées dans une feuille de polymère, puis soudées aux blocs de métal afin de réaliser l'éprouvette composite de cisaillement. Les dimensions de chaque éprouvette de polymère ne doivent pas varier de plus de 3 % par rapport à la valeur moyenne. Cette dernière doit être suffisamment importante pour permettre d'atteindre une exactitude convenable dans l'établissement de la déformation dynamique, puis des modules complexes — voir équation (1) en 10.2. En outre, il est recommandé que la dimension h du polymère dans la direction d'application de la charge soit supérieure à $4L$ pour rendre négligeable la correction apportée en raison de la flexion.

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

6.2 Préparation des éprouvettes de polymère

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 6.2.

7 Nombre d'assemblages d'essai

Voir ISO 6721-1:1994, article 7, en lisant «éprouvettes composites» en lieu et place d'«éprouvettes».

8 Conditionnement

Voir ISO 6721-1:1994, article 8.

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 de polymère

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.2.

9.3 Serrage de l'assemblage d'essai

Monter l'éprouvette composite sur la plate-forme de charge et appliquer une force de serrage suffisante pour empêcher tout déplacement relatif entre les mors et les blocs de métal quelles que soient les conditions d'essai.

9.4 Variation de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4.

9.5 Réalisation de l'essai

Appliquer à l'éprouvette composite une force dynamique permettant aux capteurs de force et de déplacement de fournir des signaux dont l'amplitude puisse être mesurée par les transducteurs, avec l'exactitude prescrite en 5.1.2.

NOTE 3 Si la déformation en cisaillement dépasse la limite jusqu'à laquelle on obtient un comportement linéaire, les propriétés dynamiques qui en découlent dépendent de l'ampleur de la déformation appliquée. La déformation limitée 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, leur fréquence 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

A	aire, en mètres carrés, de la surface soudée des éprouvettes
f	fréquence de mesurage, en hertz
f_F	fréquence de résonance, en hertz, du transducteur de force
f_s	fréquence de résonance, en hertz, de l'éprouvette composite
G'_a, G'	module de conservation en cisaillement apparent et module de conservation en cisaillement corrigé, en pascals
G''	module de perte en cisaillement, en pascals
h	hauteur moyenne, en mètres, de l'éprouvette de polymère dans la direction d'application de la charge
k_a, k	valeur mesurée et valeur corrigée de la rigidité complexe, en newtons par mètre, de l'éprouvette composite
k_F	rigidité du transducteur de force, en newtons par mètre
k_∞	valeur de mesure de la rigidité, en newtons par mètre, d'un barreau en métal dont les dimensions de la section transversale sont égales à celles des extrémités de l'éprouvette composite de cisaillement (voir note 4). Ce barreau doit être au moins 100 fois plus rigide que la plus rigide des éprouvettes de polymère à essayer
L	dimension moyenne, en mètres, de chaque éprouvette de polymère entre les faces soudées
m_F	masse, en kilogrammes, de la partie du dispositif de mise en charge située entre le transducteur et l'éprouvette composite
s_A	valeur mesurée pour l'amplitude, en mètres, du déplacement dynamique
$\tan \delta_{Ga}, \tan \delta_G$	facteur de perte en cisaillement apparent et facteur de perte en cisaillement corrigé

δ_{Ga}, δ_G valeur mesurée et valeur corrigée de la différence de phase, en degrés, entre les cycles de la force et du déplacement

ΔF_A valeur mesurée pour l'amplitude, en newtons, de la force dynamique

NOTE 4 L'ampleur de k_∞ fournit une estimation de la rigidité du dispositif de mise en charge qui équivaut à un ressort directement relié à l'éprouvette composite, et permet de déduire une correction en raison de l'élasticité de l'appareillage (voir 10.2.3).

10.2 Calcul du module de conservation en cisaillement G'

L'équation suivante permet l'obtention d'une valeur approximative du module de conservation en cisaillement G'_a :

$$G'_a = \frac{\Delta F_A}{s_A} \times \frac{L}{A} \times \left[1 + \frac{L^2}{h^2} \times \frac{G'}{E'} \right] \cos \delta_{Ga} \quad \dots (1)$$

Le terme entre crochets représente l'influence de la flexion sur la déformation de l'éprouvette. Les valeurs de G'/E' varient entre 0,37 pour les polymères isotropes à l'état vitreux ou semi-cristallins et 0,33 pour les polymères à l'état caoutchouteux.

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 de cisaillement f_s de l'éprouvette composite donnée par l'équation suivante:

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

où ρ est la masse volumique, en kilogrammes par mètre cube, du polymère.

Toute erreur commise lors de l'utilisation de l'équation (1) devient significative aux fréquences appliquées telles que

$$f \geq \frac{0,04}{L} \left(\frac{G'_a}{\rho} \right)^{1/2} = 0,08f_s \quad \dots (3)$$

Par conséquent, le calcul des propriétés dynamiques doit être limité aux fréquences inférieures à $0,08f_s$.

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:

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

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 naturelle de la valeur fournie par le transducteur après percussion du mors fixé sans éprouvette composite.

Une valeur approximative satisfaisante de la rigidité de l'éprouvette composite 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 située au-dessus de la gamme de fréquences, ce qui impose d'appliquer une correction à la valeur de mesure de la force.

10.2.3 Correction en fonction de la complaisance de l'appareillage

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

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

où δ_G est donné par l'équation (8).

La valeur de $k \cos \delta_G$ obtenue à partir de l'équation (7) doit être utilisée au lieu de $k_a \cos \delta_{G_a}$ dans l'équation (1) pour donner une estimation plus exacte de G'_a .

NOTE 5 La correction en fonction de la complaisance n'est pas nécessaire si le transducteur de déplacement est situé de façon à pouvoir mesurer le déplacement relatif des deux parties de la plate-forme de charge en cisaillement.

10.3 Calcul du facteur de perte en cisaillement $\tan \delta_G$

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

Si k_a est supérieur à $0,02k_\infty$, 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

$$\tan \delta_G = \frac{\tan \delta_{G_a}}{1 - (k_a/k_\infty) \cos \delta_{G_a}} \quad \dots (8)$$

NOTE 6 Si la complaisance du dispositif de mise en charge est due aux raccords boulonnés ou aux mors, le frottement peut influencer sur le mesurage de l'angle de phase δ_{G_a} . 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 du déplacement relatif des deux parties de la plate-forme de charge.

10.4 Calcul du module de perte en cisaillement

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

$$G'' = G' \tan \delta_G \quad \dots (9)$$

10.5 Présentation des données en fonction de la température

Voir ISO 6721-1:1994, paragraphe 9.4.

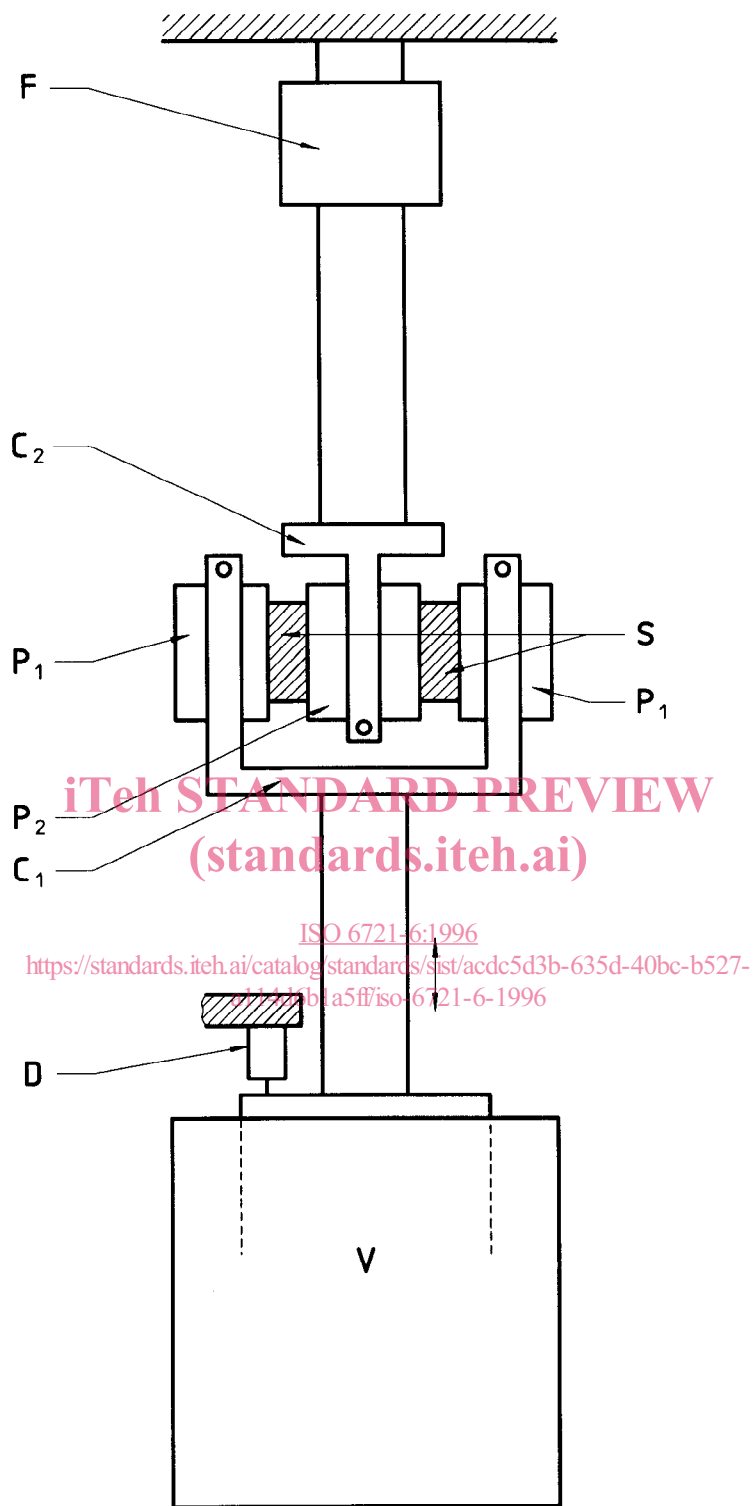
11 Fidélité

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 comprendre les informations suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 6721;
- à m) voir ISO 6721-1:1994, article 12;
- amplitude de la déformation dynamique en cisaillement donnée de manière approximative par s_d/L .



ISO 6721-6:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/acdc5d3b-635d-40bc-b527-7797b1a5ff/iso-6721-6-1996>

Légende:

- | | | | |
|---------------------------------|-----------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| C ₁ , C ₂ | Mors | P ₁ , P ₂ | Blocs de métal |
| D | Transducteur de déplacement | S | Éprouvettes de polymère |
| F | Transducteur de force | V | Table de vibrations |

Figure 1 — Schéma d'un dispositif de mise en charge approprié à la détermination de modules complexes par la méthode d'oscillation forcée en cisaillement hors résonance

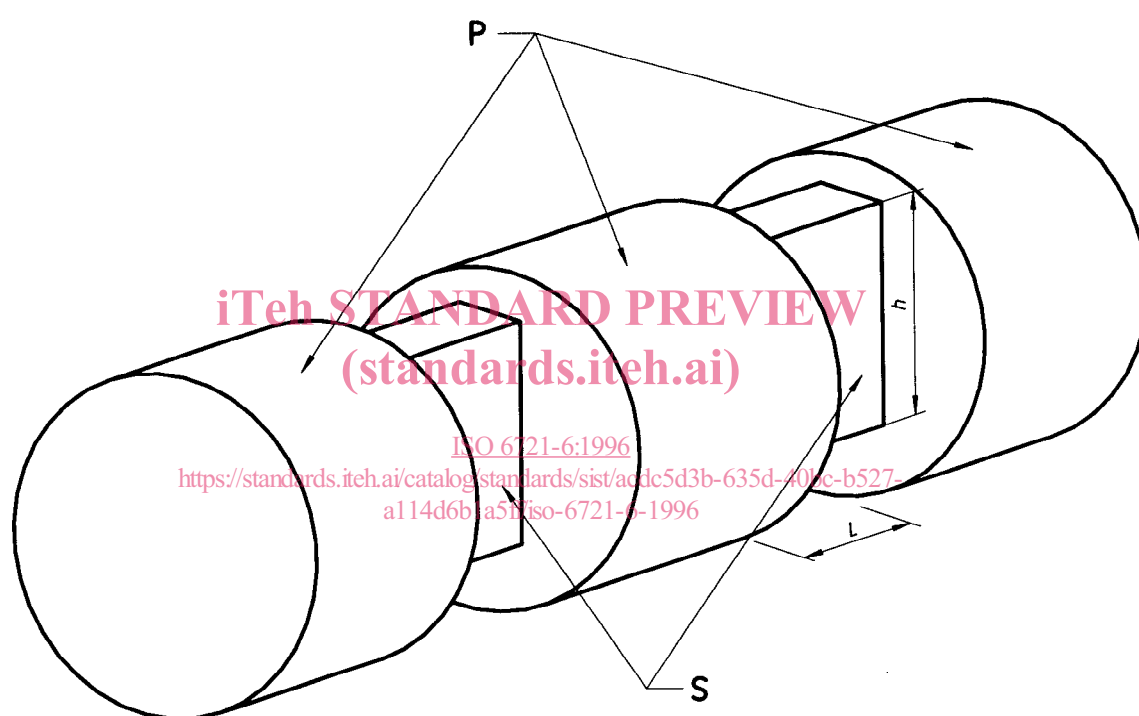


Figure 2 — Éprouvette composite devant être soumise au cisaillement, utilisable avec l'appareillage représenté à la figure 1 (Les éprouvettes de polymère S sont soudées à des bocs de métal P encastrés dans la plate-forme de charge en cisaillement. L et h sont respectivement la largeur et la hauteur de chaque éprouvette de polymère.)