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

Partie 10:

Viscosité complexe en cisaillement à l'aide
d'un rhéomètre à oscillations à plateaux
parallèles

iTeh STANDARD PREVIEW

Plastics — Determination of dynamic mechanical properties —

*Part 10: Complex shear viscosity using a parallel-plate oscillatory
rheometer*

ISO 6721-10:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-bf5bf41ce8f/iso-6721-10-1997>



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 6721-10 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*

© ISO 1997

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 central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

- *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 complexe en cisaillement à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à plateaux parallèles*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 6721 est donnée uniquement à titre d'information.

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

ISO 6721-10:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-bf5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6721-10:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-bf5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997>

Plastiques — Détermination des propriétés mécaniques dynamiques —

Partie 10:

Viscosité complexe en cisaillement à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à plateaux parallèles

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6721 établit les principes généraux d'une méthode destinée à déterminer la viscosité complexe en cisaillement η^* de polymères fondus à des fréquences angulaires se situant généralement dans la plage de 0,01 Hz à 10 Hz à l'aide d'un rhéomètre à oscillations à géométrie parallèle des plateaux (voir note 1). Il est possible d'utiliser des fréquences se situant en dehors de cette plage. La méthode est utilisée pour déterminer les valeurs des propriétés rhéologiques dynamiques: viscosité complexe en cisaillement η^* , viscosité dynamique en cisaillement η' , composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement η'' , module complexe en cisaillement G^* , module de perte en cisaillement G'' et module de conservation en cisaillement G' . Elle convient pour le mesurage des valeurs de viscosité complexe en cisaillement le plus souvent inférieure ou égale à environ 10 MPa.s (voir note 2).

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-bf5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997)

[bf5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-bf5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997)

NOTES

1 La plage de fréquences angulaires de mesurage est limitée par la spécification de l'instrument de mesurage et également par la réponse de l'éprouvette. Lors des essais à des fréquences inférieures à 0,01 Hz, la durée de l'essai augmente de manière significative car le temps nécessaire pour obtenir un point est inversement proportionnel à la fréquence d'essai. En conséquence, une dégradation ou une polymérisation de l'éprouvette est plus probable lors des essais à basses fréquences et se répercute sur les résultats. À des fréquences angulaires plus élevées, le bord de l'éprouvette peut se déformer ou se casser invalidant en conséquence les résultats d'essai.

2 La plage des valeurs de la viscosité complexe en cisaillement susceptible d'être mesurées dépend des dimensions de l'éprouvette et également de la spécification de l'instrument de mesurage. Pour une éprouvette de dimensions données, la capacité du couple de la machine, la résolution du déplacement angulaire et la complaisance établissent la limite supérieure de la plage. Il est toutefois possible de corriger les effets de la complaisance.

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 472:1988, *Plastiques — Vocabulaire*.

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

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 6721, les définitions données dans l'ISO 6721-1:1994 et dans l'ISO 472:1988 s'appliquent. Les définitions suivantes s'appliquent également.

3.1 mode de déformation contrôlée: Essai appliquant un déplacement angulaire sinusoïdal d'amplitude constante.

3.2 mode de contrainte contrôlée: Essai appliquant un couple sinusoïdal d'amplitude constante.

3.3 viscosité complexe en cisaillement, η^* : Rapport entre la contrainte dynamique, donnée par $\sigma(t) = \sigma_0 \exp i\omega t$ et le gradient de vitesse de déformation $\dot{\gamma}(t)$, lorsque la déformation de cisaillement $\gamma(t)$ est donnée par $\gamma(t) = \gamma_0 \exp i(\omega t - \delta)$, d'une matière viscoélastique soumise à une vibration sinusoïdale, où σ_0 et γ_0 sont les amplitudes des cycles de contrainte et de déformation, ω est la fréquence angulaire, δ est l'angle de phase entre la contrainte et la déformation et t est le temps.

Elle est exprimée en pascals secondes.

3.4 viscosité dynamique en cisaillement, η' : Partie réelle de la viscosité complexe en cisaillement.

La viscosité dynamique en cisaillement est exprimée en pascals secondes.

3.5 composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement, η'' : Partie imaginaire de la viscosité complexe en cisaillement.

La composante déphasée de la viscosité complexe en cisaillement est exprimée en pascals secondes.

(standards.iteh.ai)

4 Principe

ISO 6721-10:1997

L'éprouvette doit être maintenue entre deux plateaux parallèles concentriques circulaires (figure 1). L'épaisseur de l'éprouvette doit être réduite par rapport au diamètre des plateaux.

L'éprouvette doit être soumise à un couple ou à un déplacement angulaire sinusoïdal de fréquence angulaire constante. On les désigne respectivement par les termes de mode de «contrainte contrôlée» ou mode «de déformation contrôlée». En mode de contrainte contrôlée, on mesure le déplacement résultant et le déphasage entre le couple et le déplacement. En mode de déformation contrôlée, on mesure le couple résultant et le déphasage entre le déplacement et le couple. Le module complexe en cisaillement G^* , le module de conservation en cisaillement G' le module de perte en cisaillement G'' , les angles de phase ainsi que les paramètres correspondants de viscosité complexe en cisaillement (voir article 3) sont déterminés à partir du couple et des fonctions de déplacement et des dimensions de l'éprouvette. En dérivant ces termes, on suppose que l'éprouvette présente une réponse viscoélastique linéaire.

Le mode d'oscillation utilisé est désigné mode d'oscillation I (voir ISO 6721-1:1994, article 4).

5 Appareillage

5.1 Appareil de mesurage

L'appareil de mesurage doit se composer de deux plateaux rigides parallèles, circulaires et concentriques entre lesquels est placée l'éprouvette (figure 1). L'un de ces plateaux doit être conçu pour osciller à une fréquence angulaire constante tandis que l'autre reste fixe.

Les prescriptions relatives à l'appareillage exigent qu'il permette le mesurage des amplitudes du couple et des fonctions de déplacement angulaire ainsi que de l'angle de phase entre ces fonctions pour une éprouvette soumise à un couple ou à un déplacement sinusoïdal de fréquence angulaire constante.

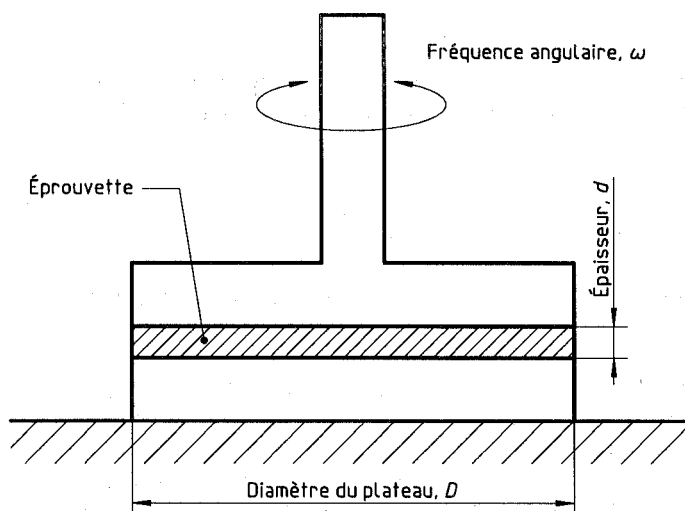


Figure 1 — Géométrie d'essai du rhéomètre à plateaux parallèles

Un dispositif de mesure du couple doit être raccordé à l'un des plateaux, permettant de mesurer le couple nécessaire pour surmonter la résistance viscoélastique de l'éprouvette.

Un dispositif de mesure du déplacement angulaire doit être fixé sur le plateau mobile, permettant de déterminer le déplacement et la fréquence angulaires.

L'appareillage doit avoir une exactitude de mesure du couple correspondant à une lecture à $\pm 2\%$ de l'amplitude minimale de couple utilisée pour déterminer les propriétés dynamiques.

L'appareillage doit avoir une exactitude de mesure du déplacement angulaire de $\pm 20 \times 10^{-6}$ rad.

L'appareillage doit avoir une exactitude de mesure de la fréquence angulaire correspondant à la valeur absolue à $\pm 2\%$.

5.2 Enceinte thermorégulée

Le chauffage peut être assuré en utilisant de l'air sous pression, un chauffage à haute fréquence ou tout autre moyen approprié.

Une enceinte climatisée entourant la géométrie d'essai peut être utilisée pour assurer des conditions d'essai spécifiques, par exemple une atmosphère azotée.

Il faut contrôler que l'enceinte n'est pas en contact avec l'éprouvette, la géométrie des plateaux ou leurs supports.

5.3 Mesure et contrôle de température

La température d'essai doit être, de préférence, mesurée à l'aide d'un dispositif en contact avec le plateau fixe ou intégré à ce plateau.

La température d'essai doit être exacte à $\pm 0,5\text{ °C}$ de la température imposée, pour des températures imposées inférieures ou égales à 200 °C , $\pm 1,0\text{ °C}$ pour des températures entre 200 °C et 300 °C et $\pm 1,5\text{ °C}$ pour des températures supérieures à 300 °C .

Le dispositif de mesure de la température doit avoir une résolution de $0,1\text{ °C}$ et être étalonné à l'aide d'un dispositif exact à $\pm 0,1\text{ °C}$.

5.4 Géométrie d'essai

Les plateaux parallèles, circulaires et concentriques maintenant l'éprouvette définissent la géométrie d'essai. L'état de surface de ces plateaux doit correspondre à une rugosité maximale de $R_a = 0,25 \mu\text{m}$ et ne doit présenter aucune imperfection visible.

Les résultats peuvent dépendre du type de matériau utilisé pour constituer les surfaces des plateaux. On peut le déterminer en effectuant les essais à l'aide de plateaux dont la surface est réalisée en matériaux différents.

Le diamètre D des plateaux doit être connu à $\pm 0,01 \text{ mm}$ et se situe généralement dans la plage de 20 mm à 50 mm.

L'épaisseur d de l'éprouvette est définie par l'écart entre les plateaux et doit être déterminée à $\pm 0,01 \text{ mm}$. Il est recommandé que l'épaisseur de l'éprouvette se situe dans la plage de 0,5 mm à 3 mm et que le rapport du diamètre de plateau à l'épaisseur de l'éprouvette se situe dans la plage de 10 à 50 afin de minimiser les erreurs lors de la détermination des propriétés. Pour des liquides polymériques de faible viscosité, il peut être nécessaire d'employer des dimensions en dehors de ces plages conseillées. La variation totale de l'écart entre les plateaux due à leur mauvais parallélisme doit être inférieure à $\pm 0,01 \text{ mm}$. La variation de l'écart entre les plateaux au cours des essais doit être inférieure ou égale à $\pm 0,01 \text{ mm}$.

5.5 Étalonnage

Le rhéomètre doit être étalonné périodiquement en mesurant le couple, le déplacement angulaire et la réponse en fréquences angulaires de la machine ou en utilisant des liquides de référence de viscosité complexe connue, conformément aux instructions du fabricant de l'instrument. Il est préférable que les valeurs de la viscosité complexe des liquides de référence utilisés pour l'étalonnage se situent dans la même plage que celle des éprouvettes à mesurer.

Il est préférable que l'étalonnage soit effectué à la température d'essai.

[ISO 6721-10:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-b5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-b5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997>

6 Échantillonnage

La méthode d'échantillonnage, y compris toutes les méthodes particulières de préparation et d'introduction de l'éprouvette dans le rhéomètre, doit être celle spécifiée dans la norme relative au matériau concerné ou, sinon, être déterminée d'un commun accord.

Les éprouvettes étant généralement petites, d'un poids de l'ordre de 3 g à 5 g, il est essentiel qu'elles soient représentatives de la matière échantillonnée.

Si les échantillons sont hygroscopiques ou contiennent des éléments volatils, ils doivent être stockés afin de minimiser tous les effets sur la viscosité. Il peut être nécessaire de sécher les échantillons avant de préparer les éprouvettes.

Les éprouvettes doivent avoir la forme d'un disque lorsqu'elles sont produites par moulage par injection ou par compression ou bien par découpage d'une feuille. En variante, elles peuvent être façonnées en plaçant des pastilles ou un polymère liquide ou fondu dans la géométrie d'essai. Le chargement de l'échantillon à l'état fondu ne peut se faire que s'il n'est pas sensible à l'oxydation ou à la perte d'éléments volatils.

L'éprouvette ne doit contenir ni impuretés visibles ni bulles d'air. Elle ne doit présenter aucune décoloration manifeste avant ou après les essais.

7 Mode opératoire

7.1 Température d'essai

D'une manière générale, la viscosité étant fonction de la température, les mesurages effectués à des fins comparatives doivent être réalisés à la même température. Les points de détail doivent être ceux spécifiés dans la norme relative au matériau concerné ou, sinon, être déterminés d'un commun accord.

7.2 Chargement de l'éprouvette

L'éprouvette doit être chargée dans l'instrument à l'état solide ou fondu conformément à l'article 6. Elle doit entièrement remplir l'espace entre les deux plateaux. Tout excès de matière autour des bords des plateaux doit être retiré avant de commencer les essais. Les éprouvettes peuvent avoir besoin d'être comprimées après ébarbage afin de favoriser un bon contact, mais il convient alors de prendre des précautions pour garantir que l'éprouvette ne dépasse pas des bords du plateau.

L'éprouvette et les plateaux doivent ensuite atteindre l'équilibre thermique à la température d'essai. Ce laps de temps est appelé temps de régulation thermique. Pour toutes les variantes en matière d'instrument, de géométrie d'essai, de type de polymère, d'épaisseur d'échantillon, de méthode de chargement et de température d'essai, le temps de régulation thermique doit être déterminé en répétant le mesurage mais en utilisant un temps de régulation thermique de 10 % plus long (voir note 3). En l'absence de modification des valeurs mesurées du module complexe en cisaillement G^* , du module de conservation en cisaillement G' et du module de perte en cisaillement G'' , le temps de régulation thermique est suffisant pour que l'équilibre thermique se soit produit.

NOTE — Cet essai peut être intégré dans l'essai de balayage en temps pour la stabilité thermique de l'éprouvette (voir 7.5).

Lorsque l'instrument et l'éprouvette ont atteint la température d'essai, il faut déterminer l'épaisseur de l'éprouvette d , équivalant à l'écart entre les plateaux (voir 5.4). Cette valeur de l'épaisseur de l'éprouvette doit être utilisée pour les calculs.

7.3 Préconditionnement de l'éprouvette

ISO 6721-10:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-b5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997)

[b5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bb5b22-b82a-49e1-94aa-b5bfa41ce8f/iso-6721-10-1997)

L'éprouvette peut être conditionnée avant les essais en prévoyant un temps d'équilibre (cisaillement zéro à la température d'essai pendant un laps de temps spécifié) et/ou en la soumettant à un cisaillement préalable.

7.4 Mode d'essai — Déformation contrôlée ou contrainte contrôlée

Les mesurages sont effectués en utilisant l'instrument en mode de déformation contrôlée ou en mode de contrainte contrôlée.

En mode de déformation contrôlée, on applique un déplacement sinusoïdal d'amplitude constante et l'on détermine la fonction du couple sinusoïdal résultant et le déphasage entre la fonction de couple et la fonction de déplacement.

En mode de contrainte contrôlée, on applique un couple sinusoïdal d'amplitude constante et l'on détermine la fonction du déplacement sinusoïdal résultant et le déphasage entre la fonction de couple et la fonction de déplacement.

Le mesurage des propriétés rhéologiques dynamiques des éprouvettes conformément à la présente norme se limite au domaine viscoélastique linéaire. Le comportement viscoélastique linéaire se définit, pour les besoins de la présente norme, comme étant celui pour lequel la viscosité ou le module est indépendant de la contrainte ou de la déformation appliquée. Cette hypothèse est nécessaire pour l'analyse des données expérimentales à entreprendre. Il faut donc que l'amplitude d'oscillation en mode de contrainte ou de déformation contrôlée soit fixée de manière à faire intervenir la déformation de l'éprouvette dans le domaine viscoélastique linéaire.

En ce qui concerne les modes opératoires destinés à déterminer la limite du comportement viscoélastique linéaire de l'éprouvette, voir 7.6.1 à 7.6.3.